

**SINTESIS SENYAWA 2-ANILINBENZOTRIAZOL DARI
BENZOTRIAZOL DENGAN ANILIN MELALUI REAKSI
SUBSTITUSI NUKLEOFILIK**

SKRIPSI

Diajukan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta Untuk Memenuhi Sebagian
Persyaratan Guna Memperoleh Gelar
Sarjana Sains Kimia



Oleh :

Ita Kristiana
07307141030

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN PENDIDIKAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
2011**

PERSETUJUAN

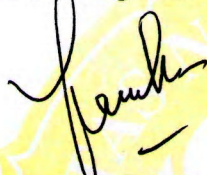
Skripsi Ini Telah Memenuhi Persyaratan

dan Siap untuk Diuji

Disetujui pada Tanggal

22 Desember 2011

Pembimbing Utama



(Karim Theresih, SU)
NIP. 19560824 198303 1 002

Pembimbing Pendamping



(C. Budimarwanti, M.Si)
NIP. 19660330 199002 2 001

Koordinator Tugas Akhir Skripsi
Program Studi Kimia



(Endang Dwi Siswani, M.T)
NIP. 19541120 198702 2 001

PENGESAHAN

SINTESIS SENYAWA 2-ANILINBENZOTRIAZOL DARI BENZOTRIAZOL DENGAN ANILIN MELALUI REAKSI SUBSTITUSI NUKLEOFILIK

Disusun Oleh:
Ita Kristiana
07307141030

Telah Dipertahankan Di Depan Tim Penguji Skripsi Fakultas Matematika dan
Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta Pada Tanggal 29
Desember 2011 dan Dinyatakan Telah Memenuhi Syarat Guna Memperoleh Gelar
Sarjana Sains Bidang Kimia

Susunan Tim Penguji

	Nama Lengkap	Tanda Tangan
Ketua Tim Penguji	: Karim Theresih, SU NIP. 19560824 198303 1 002
Sekretaris	: C. Budimarwanti, M.Si NIP. 19660330 199002 2 001
Penguji Utama	: Prof. Dr. Hj. Sri Atun NIP. 19651012 199001 2 001
Penguji Pendamping	: Sunarto, M.Si NIP. 19610608 198812 1 001

Yogyakarta, 17 Januari 2012
FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta
Dekan



Dr. Hartono
NIP. 19620329 198702 1 002

*K*upersembahkan untuk Yang Maha Segalanya
Yang memberiku nafas kehidupan
Hingga aku masih dapat disini
Berdiri tegak,
Menatap langit,
Untuk mencari cinta-Nya yang hakiki

Dan juga . .

Rasulullah SAW, yang senantiasa ku jadikan panutan dalam menjalani hidup,
yang q nantikan syafa'atnya di yaumul akhir nanti

Orang tuaku dan keluarga besarku, tanpa dukungan kalian ku takkan bisa
menyandang gelar ini.

Gatot Prasetyo, pria istimewa di hati ini, yang selalu pasrah dgn segala
kemanjaanku ^^

Keluarga keduaku di Yasmin...ipeh,dew2 (yg langgeng m 'BeBe'
y.. ^^),pi2t,farah,nayla,tuti,intan,ika,lala,ani,zuyyi,tiya (lo dh lairan q
dikabari),ku2n,dc,mb yekti, terima kasih atas 'nano-nano'-nya dalam hidupku

My best prenz (Lintan, cha2, fikriatun, casdik), kan ku kenang saat2 tertawa
bersama kalian,

Ustadz/ah TPA Al Inayah, jangan patah semangat ngadepin santri2, qt bisa
belajar mjd orang tua lho.

Dan semuanya yg tak bisa ku sebutkan satu persatu...

MOTTO

***Jangan mendefinisikan kegagalanmu
dengan melihat kesuksesan orang lain...***
***Jangan juga mendefinisikan kesuksesan
dengan melihat kegagalan orang lain.***
***Buatlah targetmu sendiri
dan
pecahkanlah.***

HALAMAN PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini saya:

Nama : Ita Kristiana
NIM : 07307141030
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA UNY
Judul Penelitian : Sintesis Senyawa 2-Anilinbenzotriazol dari
Benzotriazol dengan Anilin Melalui Reaksi Substitusi
Nukleofilik.

Menyatakan bahwa penelitian ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri, dan sepanjang pengetahuan saya tidak berisi materi yang telah dipublikasikan atau ditulis oleh orang lain atau telah dipergunakan dan diterima sebagai persyaratan penyelesaian studi pada Universitas atau institut lain, kecuali bagian-bagian tertentu yang telah dinyatakan dalam teks.

Yogyakarta, Desember 2011
Yang Menyatakan



(Ita Kristiana)
NIM: 07307141030

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan kenikmatan tiada tara dalam hidup ini, sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir Skripsi yang berjudul “ Sintesis Senyawa 2-Anilinbenzotriazol dari Benzotriazol dengan Anilin Melalui Reaksi Substitusi Nukleofilik” ini dengan lancar, sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains.

Penulis menyadari bahwa dalam menyelesaikan penyusunan Tugas Akhir Skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, arahan, bantuan, dan motivasi dari berbagai pihak. Oleh karenanya, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Hartono selaku Dekan FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta
2. Bapak Dr. Hari Sutrisno selaku Ketua Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
3. Ibu Endang Dwi Siswani, MT selaku Koordinator Tugas Akhir Skripsi Program Studi Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
4. Bapak Karim Theresih, SU., selaku Dosen Pembimbing Utama yang telah memberikan bimbingan, arahan, nasehat, dan motivasi sehingga penulis bisa menyelesaikan tugas akhir skripsi.
5. Ibu C. Budimarwanti, M.Si selaku Dosen Pembimbing Pendamping yang telah memberikan motivasi, bimbingan, nasehat dan saran bagi penulis untuk menyelesaikan tugas akhir skripsi.

6. Ibu Prof. Dr. Hj. Sri Atun selaku penguji utama dan Bapak Sunarto, M.Si selaku penguji pendamping yang telah memberikan arahan, saran dan bimbingan sehingga penulis bisa menyempurnakan tugas akhir skripsi.
7. Seluruh laboran di Laboratorium Kimia FMIPA UNY yang telah membantu penulis dalam mengerjakan penelitian dan menyelesaikan skripsi.
8. Seluruh Dosen dan staf pengajar FMIPA yang telah memberikan bekal pengetahuan selama kuliah dan penelitian.
9. Seluruh jajaran dan karyawan Tata Usaha, Kemahasiswaan, Keuangan, Pengajaran, dan Unit Perlengkapan FMIPA UNY yang telah memberi bantuan dan kemudahan bagi penulis untuk menyelesaikan urusan administrasi dan syarat kelulusan.
10. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang telah memberikan bantuannya sehingga tugas akhir skripsi ini dapat terselesaikan.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kesempurnaan, namun demikian penulis berharap semoga apa yang telah penulis peroleh dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini dapat memberikan arti dan manfaat bagi semua pihak dalam pengembangan ilmu kimia. Penulis menngharapkan masukan dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini dan sebagai bahan pertimbangan untuk penelitian selanjutnya.

Yogyakarta, Desember 2011

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
MOTTO	vi
HALAMAN PERNYATAAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah	1
B. Identifikasi Masalah	3
C. Pembatasan Masalah	3
D. Perumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	4
F. Manfaat Penelitian	5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

A. Deskripsi Teori	6
1. Benzotriazol	6
2. Anilin	8
3. Reaksi Substitusi Nukleofilik	11
4. Rekristalisasi	16
5. Kromatografi Lapis Tipis	18
6. Spektroskopi Sinar Tampak – Ultraviolet (UV-Vis)	20
7. Spektroskopi Inframerah	23
8. Spektroskopi ^1H -NMR	25
B. Penelitian yang Relevan	28
C. Kerangka Berpikir	29

BAB III METODE PENELITIAN

A. Subjek dan Objek Penelitian	31
1. Subjek Penelitian	31
2. Objek Penelitian	31
B. Alat dan Bahan	31
C. Prosedur Penelitian	32
1. Sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol	32
2. Identifikasi senyawa hasil sintesis	33
D. Teknik Analisa Data	33
1. Data Kuantitatif	33
2. Data Kualitatif	34

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian	35
1. Senyawa Produk	35
2. Hasil Analisis dengan Spektroskopi	37
a. Spektroskopi UV-Vis	37
b. Spektroskopi IR	38
c. Spektroskopi ^1H -NMR	38
B. Pembahasan	40

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan	52
B. Saran	52

DAFTAR PUSTAKA	53
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	57
-----------------------	-----------

DAFTAR TABEL

	Hal
Tabel 1. Polaritas Beberapa Pelarut	17
Tabel 2. Karakteristik Serapan Inframerah Beberapa Gugus Fungsional	24
Tabel 3. Perkiraan Daerah Serapan yang Terjadi dan Gugus Fungsi yang Terikat	25
Tabel 4. Perkiraan Pergeseran Kimia (δ) yang Terjadi Pada Struktur Molekul Senyawa 2-anilinbenzotriazol	27
Tabel 5. Data Pengamatan Penelitian dengan Penangas yang Berbeda	35
Tabel 6. Perbandingan Bilangan Gelombang Senyawa Produk dan Benzotriazol Dalam Spektrum IR	47
Tabel 7. Data Hasil Analisis Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Senyawa Produk	49

DAFTAR GAMBAR

	Hal
Gambar 1.Struktur Molekul Benzotriazol	6
Gambar 2.Mekanisme Sintesis Bennzotriazol	7
Gambar 3.Benzotriazol dengan Kemampuan Pendorong Elektron dan Penerima Elektron	7
Gambar 4.Isomer Benzotriazol Tersubstitusi pada Atom N	8
Gambar 5.Contoh Senyawa Turunan Benzotriazol Tersubstitusi Pada Posisi 2	8
Gambar 6.Struktur Molekul Anilin	9
Gambar 7.Perbandingan Anilin dengan Sikloheksamin	10
Gambar 8.Reaksi Substitusi Nukleofilik Unimolekuler atau S_N1	11
Gambar 9.Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler atau S_N2	12
Gambar 10.Pembentukan Senyawa Diazo-Amino	13
Gambar 11.Pembentukan Senyawa Diazo-Amino dengan Amina Tersier	14
Gambar 12.Mekanisme Reaksi Senyawa 2-anilinbenzotriazol	15
Gambar 13.Struktur Senyawa 2-anilinbenzotriazol	23
Gambar 14.Hasil Sintesis Senyawa Produk	36
Gambar 15.Kromatogram KLT Senyawa Produk	36
Gambar 16.Kromatogram Hasil TLC Scanner Terhadap Plat KLT	37
Gambar 17.Spektrum UV-Vis Senyawa Produk	37
Gambar 18.Spektrum IR Senyawa Produk	38
Gambar 19.Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Senyawa Produk	39

Gambar 20. Perpindahan Elektron π Pada Senyawa Benzotriazol	41
Gambar 21. Reaksi Penyerangan Anilin Terhadap Benzotriazol	42
Gambar 22. Perbandingan Spektrum UV-Vis Benzotriazol dengan Senyawa Produk.....	45
Gambar 23. Perbandingan Spektrum IR Benzotriazol dengan Senyawa Produk	46
Gambar 24. Perbandingan Spektrum ^1H -NMR Benzotriazol, Senyawa Produk, dan Benzotriazol dari SDBS.....	50
Gambar 25. Perkiraan Posisi Proton Senyawa Produk	51
Gambar 26. Rangkaian Alat Refluks untuk Proses Sintesis	58
Gambar 27. Hasil Refluks Ketiga	58
Gambar 28. Reaktan yang Digunakan	59
Gambar 29. Benzotriazol	59
Gambar 30. Plat KLT Senyawa Sintesis Hasil Refluks Kedua Setelah Dielusi dengan Kloroform-Etil Asetat 7 : 3	59

SINTESIS SENYAWA 2-ANILINBENZOTRIAZOL DARI BENZOTRIAZOL DENGAN ANILIN MELALUI REAKSI SUBSTITUSI NUKLEOFILIK

Oleh :
Ita Kristiana
07307141030

Pembimbing Utama : Karim Theresih, S.U
Pembimbing Pendamping : C. Budimarwanti, M.Si

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol dari benzotriazol dan anilin dengan metode reaksi substitusi nukleofilik, menghitung randemen senyawa produk, serta menentukan karakter dan sifat fisik senyawa 2-anilinbenzotriazol.

Senyawa 2-anilinbenzotriazol dapat dipreparasi dengan merefluks 1,19 gram benzotriazol, yang dilarutkan dalam 25 ml etanol 70%, dengan 0,92 ml anilin. Refluks dilakukan selama 5 jam. Senyawa hasil refluks kemudian didinginkan selama 2 jam dilanjutkan dengan evaporasi. Endapan yang terjadi direkristalisasi dengan pelarut etanol 70% sebanyak 6 ml. Filtrat hasil saringan dievaporasi lagi untuk mendapatkan endapan. Senyawa produk kemudian diuji kemurniannya dengan KLT dan *TLC Scanner* serta dikarakterisasi dengan spektroskopi UV-Vis, IR, dan $^1\text{H-NMR}$.

Uji kemurnian dengan KLT dan *TLC Scanner* menunjukkan bahwa senyawa produk mempunyai spot dengan R_f yang sama dengan benzotriazol yaitu 0,79. Spektrum UV-Vis menunjukkan senyawa produk mempunyai λ_{maks}^{EtOH} sebesar 379,00 nm dan 207,60 nm. Spektrum IR menunjukkan adanya vibrasi C=C aromatik pada $1597,06\text{ cm}^{-1}$ yang diperkuat dengan serapan C-H aromatik pada $3070,68\text{ cm}^{-1}$ dan $3248,13\text{ cm}^{-1}$, vibrasi N-H sekunder pada $3340,71\text{ cm}^{-1}$ dan muncul dengan satu serapan lemah, vibrasi C=N pada $1666,50\text{ cm}^{-1}$, dan serapan C-N amina pada $1265,30\text{ cm}^{-1}$. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ menunjukkan adanya pergeseran kimia dengan nilai yang identik dengan benzotriazol yaitu pada 7,42 ppm dengan pemecahan multiplet dan pada 7,94 ppm dengan pemecahan triplet. Hasil interpretasi terhadap spektrum-spektrum tersebut menyatakan bahwa senyawa produk masih merupakan bahan dasar yaitu benzotriazol sehingga tidak dapat dihitung randemennya. Senyawa produk berwarna coklat kekuningan dengan titik leleh sebesar 68 - 70°C.

SYNTHESIS OF 2-ANILINEBENZOTRIAZOLE FROM BENZOTRIAZOLE AND ANILINE THROUGH NUCLEOPHILIC SUBSTITUTION REACTION

By :
Ita Kristiana
07307141030

First Supervisor : Karim Theresih, S.U
Second Supervisor : C. Budimarwanti, M.Si

ABSTRACT

The aims of this research are to synthesize 2-anilinebenzotriazole from benzotriazole and aniline through nucleophilic substitution reaction, to count the yield of product, and to know the character and physical properties of 2-anilinebenzotriazole.

The compound of 2-anilinebenzotriazole could be prepared by 1,19 grams of benzotriazole in 25 ml of ethanol 70% and 0,92 ml of aniline which was refluxed for 5 hours. The solution of reflux product was cooled for 2 hours and continued by evaporation. Formed deposits were recrystallized with ethanol (6 ml). The filtrate of it was evaporated again to get deposits. Then, purity of product was tested by TLC and TLC Scanner and should be characterized by using UV-Vis, IR, and $^1\text{H-NMR}$ spectroscopy.

The purity test by TLC and TLC Scanner shows the product has a spot and its R_f is 0.79 which is same with benzotriazole. The UV-Vis spectrum shows the product has λ_{maks}^{EtOH} at 379.00 nm and 207.60 nm. The IR spectrum shows absorption of C=C aromatic at 1597.06 cm^{-1} that is supported by -CH aromatic at 3070.68 cm^{-1} and 3248.13 cm^{-1} , vibration of secondary amine at 3340.71 cm^{-1} and it has a weak peak, vibration of C=N at 1666.50 cm^{-1} , and absorption of C-N amine at 1265.30 cm^{-1} . Proton NMR spectrum shows the identically chemical shift with benzotriazole at 7.42 ppm and it splits be multiple and at 7.94 ppm and it splits be triplet. The interpretation result of those spectrums explained that product is still same with benzotriazole so it can't count the yield. The product is brown yellowish and has melting points at 68 - 70°C.

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Salah satu penggunaan benzotriazol, disamping sebagai penghambat/inhibitor korosi, adalah sebagai penstabil sinar Ultraviolet (UV) pada tinta. Mencetak dengan *ink jet printing* merupakan cara mencetak sangat cepat yang dikendalikan oleh sinyal listrik. Pada metode ini, terdapat ujung runcing dimana tinta akan menetes melalui sebuah lubang dan akan masuk ke *recorder*. Tinta yang lebih baik digunakan adalah campuran larutan dari zat warna yang mudah larut dalam air. Umumnya, bahan ini akan mempunyai kecepatan cahaya yang lebih rendah daripada pigmen zat warna yang digunakan pada cara mencetak konvensional. Hal ini berakibat hasil cetakan yang didapat hanya mempunyai daya tahan yang terbatas ketika terpapar cahaya (Laver, 1991 : 1).

Beberapa penelitian telah diajukan untuk memperoleh tinta yang lebih berkualitas, seperti menambahkan zat *UV absorber* yang mudah larut dalam air yaitu hidroksibenzofenon tersulfonasi ke dalam tinta, menggunakan garam logam sebagai bahan tambahan penstabil cahaya pada tinta, atau menggunakan turunan asam karboksilat dari benzotriazol untuk menstabilkan zat warna dan tinta. Namun, senyawa turunan ini ternyata tidak cukup mudah larut dalam sistem larutan encer. Dewasa ini telah ditemukan turunan dari 2-(2'-hidroksifenil)benzotriazol, yang lebih cocok digunakan sebagai zat aditif untuk menstabilkan cahaya pada komposisi tinta encer, khususnya untuk *ink jet printing*

(Laver, 1991 : 1). Senyawa 2-(2'-hidroksifenil)benzotriazol sendiri merupakan senyawa turunan benzotriazol tersubstitusi pada atom N yang digunakan untuk melindungi dan menstabilkan macam-macam zat dalam melawan radiasi sinar ultraviolet.

Disamping senyawa 2-(2'-hidroksifenil)benzotriazol dan turunannya, senyawa turunan benzotriazol tersubstitusi pada posisi 2 yang lain juga dapat berfungsi sebagai penyerap sinar UV, seperti halnya senyawa 2-fenilbenzotriazol dan 2-fenilbenzotriazol-*N*-oksida yang berfungsi sebagai intermediet. Dua senyawa ini telah dipreparasi oleh Seino Suichi (1989 : 2) dengan menggunakan suatu metode yaitu mereduksi o-nitrobenzena dengan sakarida. Seino melakukan dua metode dalam mempreparasi 2-fenilbenzotriazol dan satu metode dalam mempreparasi 2-fenilbenzotriazol-*N*-oksida. Ketiga metode ini menggunakan katalis transfer hidrogen dan basa. Metode yang dilakukan oleh Seino cukup sulit dilakukan karena memerlukan banyak bahan, biaya yang tidak sedikit, dan teknik yang tidak mudah. Oleh karena itu, perlu adanya variasi metode untuk mensintesis senyawa turunan benzotriazol tersubstitusi pada posisi 2 dengan teknik yang lebih mudah dan bahan yang lebih mudah didapat.

Metode reaksi substitusi nukleofilik biasanya digunakan untuk mensintesis senyawa dengan cara mengganti atau mensubstitusi spesies dari suatu senyawa dengan spesies lain yang bersifat nukleofilik. Metode ini pernah dilakukan oleh Katrizky dkk (1987:781-782) dalam mensintesis senyawa turunan benzotriazol tersubstitusi pada N-1 dari senyawa 1-(klorometil)benzotriazol dengan nukleofilik seperti natrium etoksida, natrium fenoksida, piridin, pirolidin, dan natrium azida.

Penelitian ini menggunakan metode reaksi substitusi nukleofilik yang mereaksikan senyawa benzotriazol dengan suatu senyawa nukleofilik yaitu anilin. Anilin yang berperan sebagai nukleofilik akan menyerang benzotriazol pada posisi 2. Pemurnian senyawa produk dilakukan dengan rekristalisasi. Uji kemurnian dari senyawa produk dengan menggunakan KLT dan *TLC Scanner*. Identifikasi terhadap senyawa produk dapat dilakukan dengan spektroskopi UV-Vis, IR, dan $^1\text{H-NMR}$. Faktor-faktor yang perlu diperhatikan dalam mensintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol adalah suhu dan waktu reaksi. Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memperoleh senyawa 2-anilinbenzotriazol yang mempunyai sifat yang sama dengan senyawa 2-(2'-hidroksifenil)benzotriazol, yaitu mudah larut dalam air sehingga dapat digunakan pula sebagai UV *absorber*.

B. Identifikasi Masalah

Permasalahan-permasalahan yang dapat timbul dari penelitian sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol ini antara lain:

1. Proses sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol yang akan dilakukan, yaitu meliputi waktu, suhu, dan pelarut yang digunakan.
2. Randemen 2-anilinbenzotriazol yang dihasilkan.
3. Karakterisasi senyawa 2-anilinbenzotriazol yang digunakan.

C. Pembatasan Masalah

Adanya berbagai kendala yang akan ditemui dalam penelitian, dapat dilakukan pembatasan masalah sebagai berikut:

1. Waktu yang diperlukan untuk sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol adalah 5 jam.
2. Suhu untuk proses sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol adalah 85-90°C.
3. Pelarut yang digunakan adalah etanol 70%.
4. Karakterisasi senyawa dilakukan dengan spektroskopi UV-Vis, spektroskopi IR, spektroskopi $^1\text{H-NMR}$, dan penentuan titik leleh.

D. Perumusan Masalah

Berdasarkan identifikasi dan batasan masalah tersebut, dapat dikemukakan beberapa perumusan masalah sebagai berikut:

1. Dapatkah senyawa 2-anilinbenzotriazol disintesis dari benzotriazol dan anilin melalui reaksi substitusi nukleofilik?
2. Berapakah rendemen senyawa 2-anilinbenzotriazol yang dihasilkan?
3. Bagaimana karakter dan sifat fisik senyawa 2-anilinbenzotriazol?

E. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mensintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol dari benzotriazol dan anilin melalui reaksi substitusi nukleofilik.
2. Menentukan rendemen dari senyawa 2-anilinbenzotriazol yang dihasilkan.
3. Mengetahui karakter dan sifat fisik dari senyawa 2-anilinbenzotriazol.

F. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Menjelaskan tentang teknik sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol dari bahan dasar benzotriazol dan anilin melalui reaksi substitusi nukleofilik.
2. Menambah ilmu pengetahuan serta bermanfaat dalam bidang perindustrian.

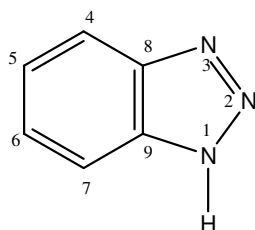
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Deskripsi Teori

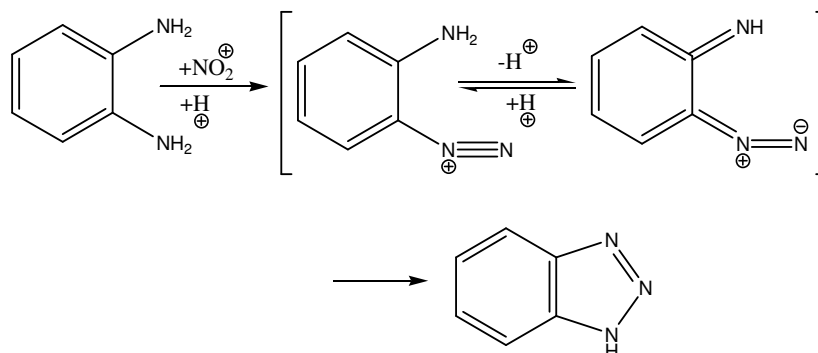
1. Benzotriazol

Benzotriazol merupakan suatu senyawa heterosiklik yang mengandung cincin benzena dan tiga atom nitrogen. Benzotriazol memiliki rumus molekul $C_6H_4N_3H$ dengan massa molar sebesar 119,12 gr/mol. Senyawa ini mempunyai titik leleh sekitar $100^{\circ}C$, titik didih sebesar $204^{\circ}C$ (15 mmHg), dan densitas sebesar $1,36 \text{ gr/cm}^3$. Senyawa aromatik ini berupa padatan berwarna putih yang dapat larut dalam pelarut polar, termasuk air dan alkohol. Berikut adalah struktur molekul benzotriazol.



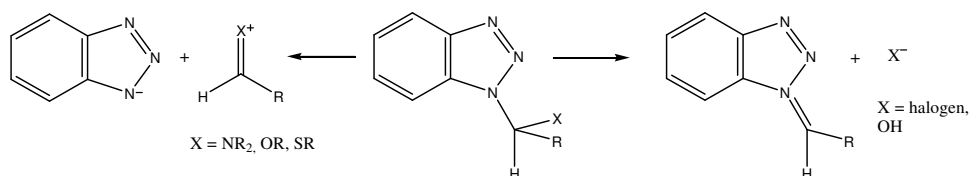
Gambar 1. Struktur Molekul Benzotriazol

Benzotriazol dapat disintesis dari o-fenildiamin, natrium nitrit, dan asam asetat melalui proses konversi diazotasi gugus reaksi. Mekanisme reaksi proses ini ditunjukkan pada Gambar 2. Benzotriazol juga dapat disintesis dari senyawa benzofenon 4-amino-3-nitro dan β -naphtol, p-kresol, dan 2,6-ksilenol.



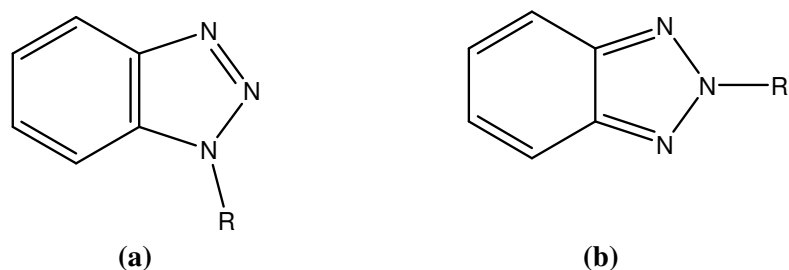
Gambar 2. Mekanisme Sintesis Benzotriazol

Benzotriazol dapat bersifat sebagai pendonor elektron ataupun penerima elektron, sehingga senyawa dengan heteroatom α , seperti N, O, dan S yang terikat pada nitrogen benzotriazol dapat terionisasi dalam dua cara. Ionisasi memungkinkan terbentuk anion benzotriazol dan immonium, oksonium, atau thionium, atau kehilangan substituent heteromatom, seperti yang terlihat pada Gambar 3.



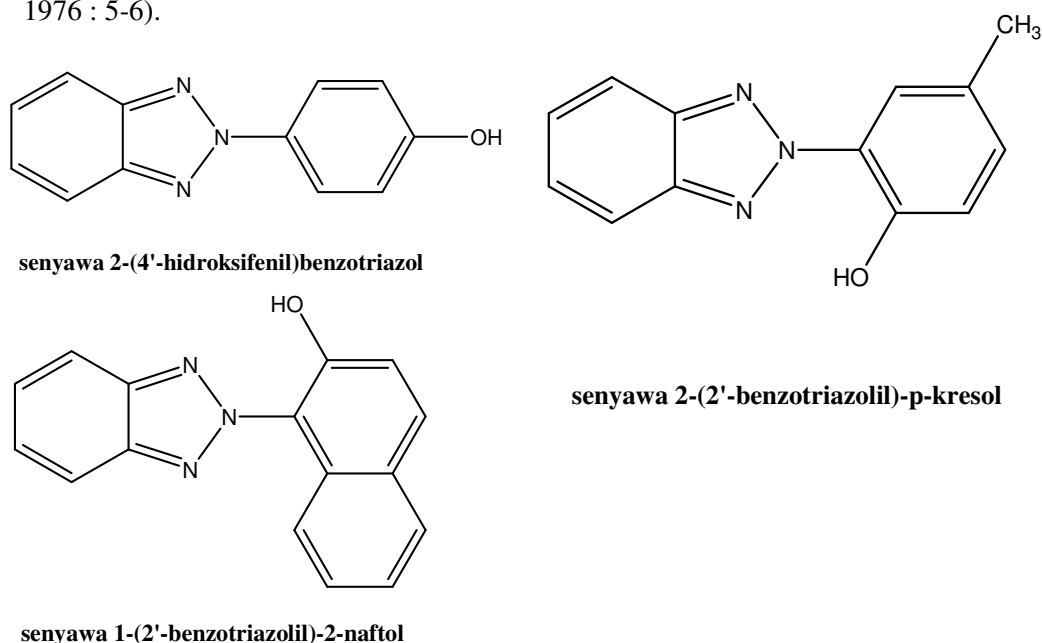
Gambar 3. Benzotriazol dengan Kemampuan Pendonor Elektron dan Penerima Elektron.

Disamping itu, benzotriazol tersubstitusi pada atom N mempunyai dua isomer yakni benzotriazol tersubstitusi pada N-1 (a) dan benzotriazol tersubstitusi pada N-2 (b). Kedua isomer tersebut mempunyai kestabilan yang sama dan sering menunjukkan kereaktivitasan yang sama. Dua isomer benzotriazol tersubstitusi pada N ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 4. Isomer Benzotriazol Tersubstitusi pada Atom N

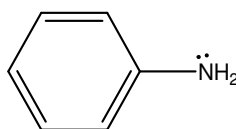
Benzotriazol ataupun derivatnya umumnya digunakan sebagai inhibitor korosi, namun untuk turunan benzotriazol yang tersubstitusi pada posisi 2 umumnya digunakan sebagai penyerap sinar UV (*UV absorber*) pada plastik, tinta, cat, dan lain-lain, seperti senyawa 2-(4'-hidroksifenil)benzotriazol, 2-(2'-benzotriazolil)-p-kresol, dan 1-(2'-benzotriazolil)-2-naftol yang terlihat pada Gambar 5. Ketiga senyawa tersebut disintesis dengan bahan dasar senyawa o-nitroazobenzen (Jancis, 1976 : 5-6).



Gambar 5. Contoh Senyawa Turunan Benzotriazol Tersubstitusi Pada Posisi 2.

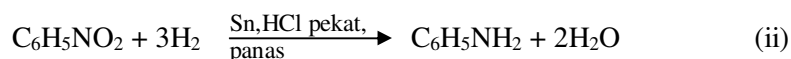
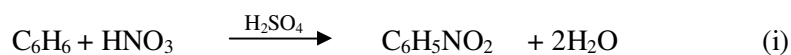
2. Anilin

Anilin (fenilamin atau aminobenzen) merupakan senyawa organik yang mempunyai gugus amino ($-\text{NH}_2$) terikat pada cincin aromatik. Anilin berwujud cairan berminyak yang dapat menggelapkan pencahayaan terhadap udara dan cahaya. Anilin dapat dicampur dengan alkohol, benzena, kloroform, karbon tetraklorida, aseton, dan pelarut organik lainnya. Anilin mempunyai rumus molekul $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$ dengan massa molar sebesar 93,13 gr/mol dan densitas sebesar 1,0217 gr/ml. Anilin mempunyai titik leleh pada suhu -6°C dan titik didih pada suhu 184°C . Gambar berikut adalah struktur molekul senyawa anilin.



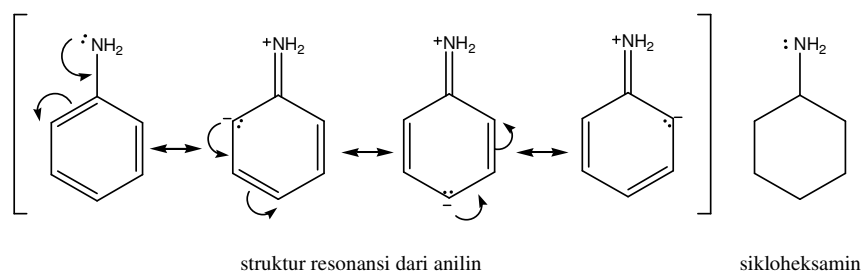
Gambar 6. Struktur Molekul Anilin

Anilin dapat disintesis dari benzena dengan proses nitrasi dan hidrogenasi. Benzena direaksikan dengan asam nitrat dan asam sulfat pada suhu $50 - 60^\circ\text{C}$ yang kemudian membentuk nitrobenzen (i). Nitrobenzen yang dihasilkan kemudian dihidrogenasikan pada suhu $200 - 300^\circ\text{C}$ dengan katalis logam seperti timah atau Sn (ii). Reaksi pembuatan anilin adalah sebagai berikut.



Anilin juga dapat disintesis dari fenol dan amonia dimana fenol dihasilkan dari proses kumin.

Amina aromatik memiliki kebasaan yang jauh lebih rendah daripada amina alifatik atau amonia. Sebagai contoh, kebasaan anilin ($pK_b = 9,37$) yang lebih rendah daripada siklohesanilamin ($pK_b = 3,3$). Hal ini disebabkan adanya delokalisasi resonansi dari pasangan elektron bebas yang dimungkinkan pada anilin tetapi tidak pada sikloheksamin (Hart, 2003 : 355)



Gambar 7. Perbandingan Anilin dengan Sikloheksamin

Resonansi menstabilkan bentuk tak terprotonasi dari anilin sehingga menggeser kesetimbangan ke arah kanan, meningkatkan keasaman dari ion anilinium dan menurunkan kebasaan anilin. Akibat rendahnya kebasaan anilin, memungkinkan kereaktifan reaksi S_N -aromatik juga akan semakin lemah. Untuk meningkatkan kereaktifan amina aromatik dalam reaksi S_N -aromatik, diperlukan reaksi antara anilin dengan senyawa yang mempunyai gugus pendonor-elektron yang kuat pada posisi para (Mečiarová, 2003 : 41).

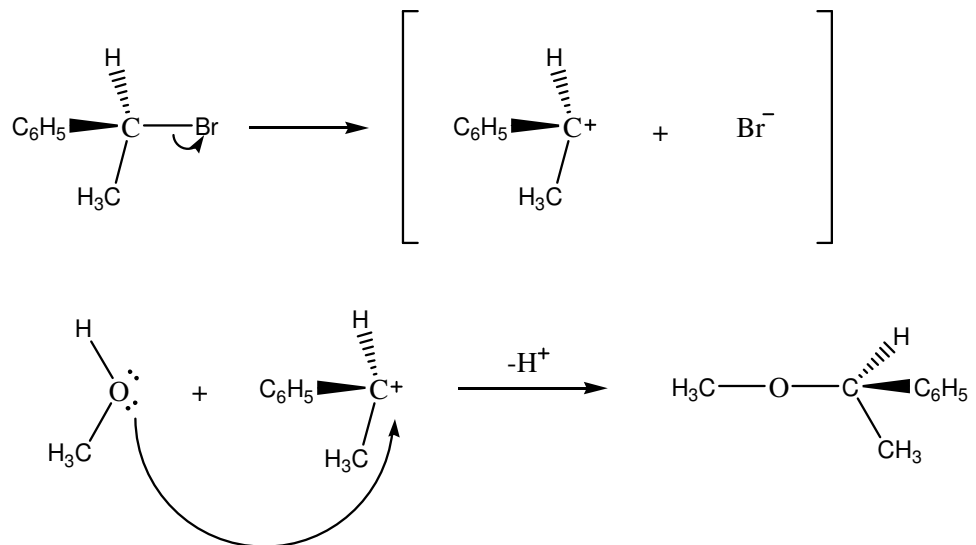
Dalam perdagangan, tiga produk anilin yang dijual antara lain : a) minyak anilin untuk warna biru, yang merupakan anilin murni; b) minyak anilin untuk warna merah, yang merupakan campuran kuantitas ekuimolekuler dari anilin dengan orto- dan para-toluidin; c) minyak anilin

untuk safranin, yang mengandung anilin dan orto-toluidin dan diperoleh dari distilat proses *fusi fuchsine* (hidroklorida rosanilina).

3. Reaksi Substitusi Nukleofilik

Reaksi substitusi nukleofilik merupakan suatu reaksi penggantian spesies dari suatu senyawa dengan spesies lain yang bersifat nukleofilik. Umumnya reaksi ini diikuti dengan reaksi eliminasi atau reaksi penyingkiran gugus fungsi. Reaksi substitusi nukleofilik terbagi menjadi dua macam yaitu reaksi substitusi nukleofilik unimolekuler (S_N1) dan reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (S_N2). Nukleofil yang digunakan pada reaksi S_N2 umumnya bersifat lebih kuat daripada nukleofil pada reaksi S_N1 .

Mekanisme reaksi substitusi nukleofilik unimolekuler atau S_N1 mempunyai dua tahap reaksi yaitu pemutusan ikatan lama dan pembentukan ikatan baru. Pada reaksi ini terbentuk suatu keadaan yang disebut dengan *intermediet*. Intermediet umumnya merupakan keadaan suatu karbokation yang dihasilkan dari tahap pemutusan ikatan lama. Nukleofil kemudian akan menyerang karbokation yang bermuatan positif (Gambar 8). Reaksi S_N1 dari substrat yang optis aktif akan menghasilkan produk yang merupakan campuran rasemik. Hal ini disebabkan karbokation yang merupakan intermediet berbentuk planar, sehingga kemungkinan nukleofil menyerang dari dua arah adalah sama (nukleofil dapat menyerang dari belakang ataupun dari depan substrat).



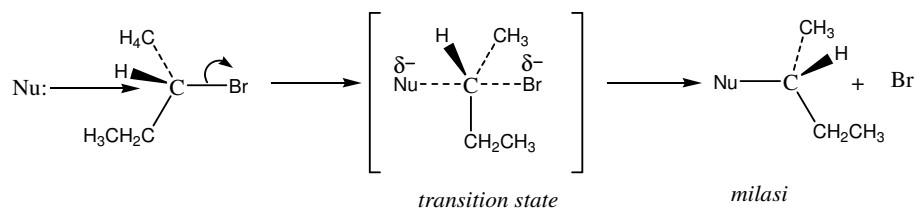
Gambar 8. Reaksi Substitusi Nukleofilik Unimolekuler atau S_N1

Nukleofil yang digunakan pada reaksi S_N1 umumnya lebih lemah sehingga reaksi ini akan berjalan lambat. Konsentrasi nukleofil pada reaksi S_N1 tidak akan mempengaruhi laju reaksi. Laju reaksi pada S_N1 dituliskan sebagai berikut:

$$V = k [\text{R} - \text{X}]$$

Kecepatan reaksi S_N1 dipengaruhi oleh atom C dari substrat. Atom C tersier akan lebih meningkatkan kecepatan reaksi dibandingkan atom C primer.

Mekanisme reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler atau S_N2 (Gambar 9) hanya mempunyai satu tahap reaksi yakni pemutusan ikatan lama dan pembentukan ikatan baru yang terjadi bersama-sama. Nukleofil akan mendekati elektrofil karbon dengan sudut 180° dari gugus pergi yang kemudian membentuk suatu keadaan yang disebut *transition state*. Gugus pergi yang terikat pada elektrofil kemudian dilepaskan.



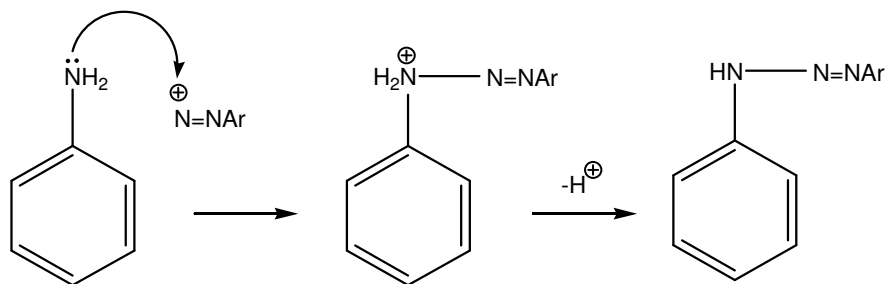
Gambar 9. Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler atau S_N2

Laju reaksi pada reaksi S_N2 dapat dituliskan sebagai berikut :

$$V = k [R - X] [Nu:]$$

Laju reaksi S_N2 akan semakin menurun seiring dengan meningkatnya hambatan sterik dari elektrofil

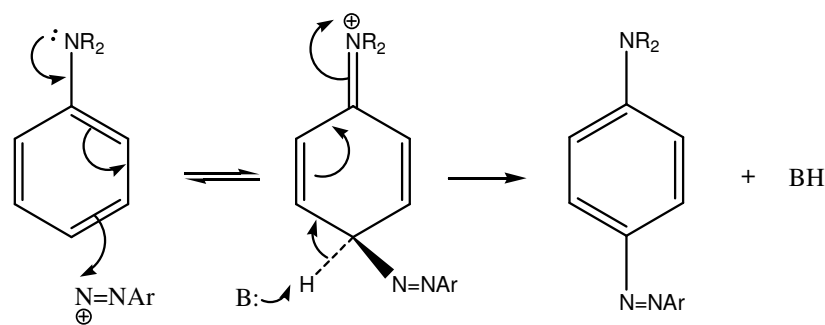
Pada amina aromatik primer dan sekunder, terdapat peluang serangan pada atom nitrogen. Bertentangan dengan fenol, ternyata serangan pada amina primer dan sekunder lebih cenderung terjadi ke arah nitrogennya, dengan amina primer dan sekunder (yakni *N*-alkilanilina) menghasilkan senyawa diazo-amino.



Gambar 10. Pembentukan Senyawa Diazo-Amino

Dengan kebanyakan amina primer, senyawa tersebut merupakan satu-satunya produk namun dengan amina sekunder (yaitu *N*-alkilanilin) dapat pula terjadi penggabungan pada atom karbon inti, sedangkan dengan amina

tersier (yaitu *N,N*-dialkilanilin) hanya didapatkan produk yang tergabung pada karbon inti saja (Gambar 11). Bertambahnya gugus alkil yang bersifat donor elektron, akan menurunkan kereaktifan atom nitrogen. Pasangan elektron tak terbagi pada nitrogen berinteraksi dengan orbital π yang didelokalisasi pada inti, sehingga akan mengaktifkan inti terhadap serangan kation diazonium ArN_2^+ yakni terhadap pasangan diazo yang menghasilkan penggantian gugus pada posisi para (Sykes, 1986 : 35).



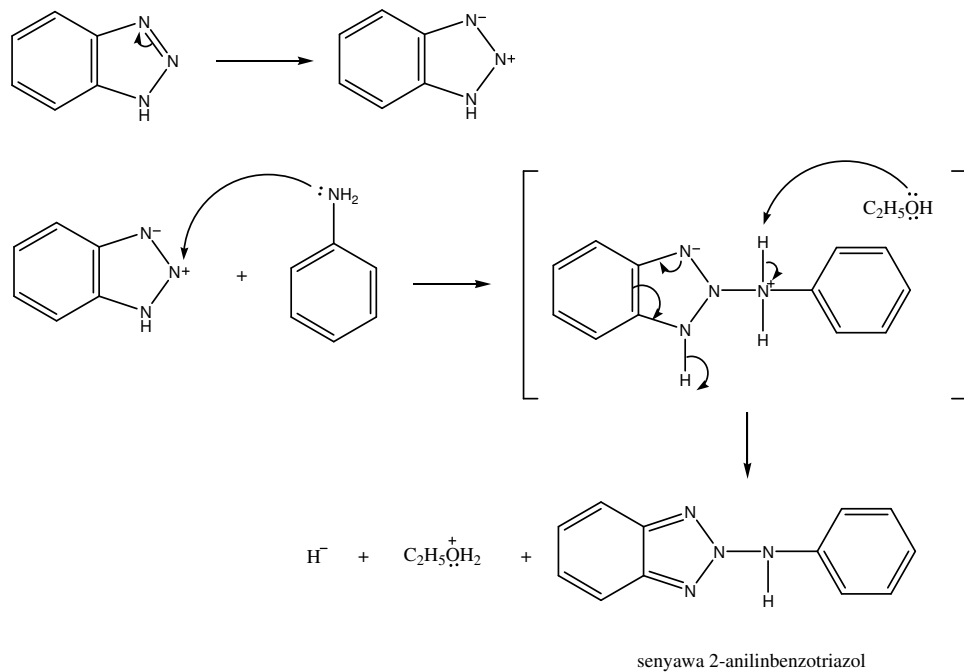
Gambar 11. Pembentukan Senyawa Diazo-Amino Dengan Amina Tersier

Adanya perbedaan letak serangan pada amina aromatik primer dan sekunder tersebut, mencerminkan rapatan elektron nisbi berbagai posisi dalam senyawa-senyawa terdahulu yang memberikan pengaruh kendali karena ternyata pepaduan diazo amat peka pada beda kecil rapatan elektron, sehingga senyawa ArN_2^+ bersifat lemah selaku elektrofil.

Pembentukan senyawa diazoamino pada penggabungan ArN_2^+ dengan amina primer dapat tersusun ulang menjadi senyawa amino-azo jika dipanaskan dalam asam. Dalam kondisi seperti ini, penyusunan-ulang ternyata merupakan proses antarmolekul, sehingga kation diazonium

terbebaskan, dan dapat beralih ke fenol, amina aromatik, atau jenis yang lain yang cocok dimasukkan ke dalam larutan. Dari peristiwa ini, terlihat penyusunan-ulang akan terjadi dengan mudah bila digunakan katalis asam dan amina berlebih (yang semula mengalami penggabungan) dan menghasilkan senyawa diazoamino. Hal ini memungkinkan untuk menyerang senyawa diazoamino terprotonasi secara langsung dengan pengeluaran ArNH_2 serta penyingkiran proton. (Sykes, 1989 : 194-196)

Pada reaksi sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol terjadi reaksi substitusi nukleofilik unimolekuler ($\text{S}_{\text{N}}1$) yang berjalan lambat. Anilin yang mempunyai tingkat kebasaan rendah sebagai akibat terjadinya delokalisasi, bertindak sebagai nukleofil lemah. Anilin dapat mensubstitusi pada atom nitrogen (N-2) dalam senyawa benzotriazol melalui perpindahan elektron *phi* (π) N-N yang menjadikan atom nitrogen pada posisi 2 bermuatan positif. Pasangan elektron bebas dari atom nitrogen pada anilin akan menyerang atom nitrogen pada posisi 2 (N-2) yang bermuatan positif dari senyawa benzotriazol diikuti dengan delokalisasi dan pemutusan atom H yang terikat pada atom nitrogen pada posisi 1 yang merupakan gugus lepas yang kurang baik. Atom hidrogen yang terikat pada atom nitrogen anilin kemudian lepas setelah mendonorkan elektronnya untuk menstabilkan muatan positif pada atom nitrogen tersebut. Atom hidrogen yang terlepas diserang oleh pasangan elektron bebas dari atom oksigen etanol (Gambar 12).



Gambar 12. Mekanisme Reaksi Senyawa 2-anilinbenzotriazol

4. Rekristalisasi

Rekristalisasi adalah pemurnian suatu zat padat dari campuran/pengotornya dengan cara mengkristalkan kembali zat tersebut setelah dilarutkan dalam pelarut yang cocok. Prinsip rekristalisasi adalah perbedaan kelarutan antara zat yang akan dimurnikan dengan kelarutan zat pencampur/pencemarnya. Larutan yang terjadi dipisahkan satu sama lain, kemudian larutan zat yang diinginkan dikristalkan dengan cara menjenuhkannya.

Senyawa yang akan dimurnikan terlebih dahulu dilarutkan ke dalam pelarut yang sesuai. Senyawa yang akan dimurnikan harus relatif tidak larut dalam pelarut tersebut pada suhu kamar tapi jauh lebih mudah larut dalam suhu tinggi. Sebaliknya pada saat yang sama, pengotor yang ada dalam

sampel harus mudah larut dalam pelarut pada suhu kamar tapi sukar larut dalam suhu tinggi. Sebagai contoh, jika ingin memurnikan sampel dari senyawa X yang terkontaminasi oleh sejumlah kecil senyawa Y, suatu pelarut yang tepat akan melarutkan senyawa Y pada suhu kamar karena pengotor akan tinggal di dalam larutan dan melewati kertas filter, hanya meninggalkan kristal murni di belakang. Pelarut yang tepat tidak akan melarutkan pengotor pada suhu tinggi karena mereka akan tetap solid dalam pelarut mendidih dan kemudian dapat disaring (<http://www.wiredchemist.com/chemistry/instructional/laboratory-tutorials/recrystallization>, diakses tanggal 26 November 2011).

Pelarut yang digunakan dalam proses rekristalisasi harus memenuhi beberapa persyaratan agar proses rekristalisasi tersebut berhasil dilakukan. Syarat dalam memilih pelarut antara lain:

- a. Memiliki gradient temperatur yang besar dalam sifat kelarutannya,
- b. Titik didih pelarut harus di bawah titik lebur senyawa yang akan dikristalkan agar senyawa yang dimurnikan tidak terurai,
- c. Titik didih pelarut yang rendah dapat mempermudah proses pengeringan kristal,
- d. Bersifat inert (tidak bereaksi) terhadap senyawa yang akan dikristalkan atau direkristalisasi.

Disamping persyaratan di atas, pemilihan pelarut juga berdasarkan gugus-gugus fungsional yang dimiliki senyawa yang akan dimurnikan, apakah gugus-gugus tersebut termasuk bersifat hidrofobik atau hidrofilik.

Dengan kata lain, pemilihan pelarut juga didasarkan atas polaritas senyawa tersebut. Tabel 1 menunjukkan beberapa pelarut yang biasa digunakan dalam proses rekristalisasi yang diklasifikasikan berdasarkan polaritasnya.

Tabel 1. Polaritas Beberapa Pelarut

No	Jenis Polaritas	Contoh Pelarut
1	Polaritas Rendah	Petroleum eter, Toluene
2	Polaritas Sedang	Dietil eter, Aseton
3	Polaritas Tinggi	Etanol, Air

(sumber : http://pustaka.unpad.ac.id/wp-content/uploads/2009/06/keselamatan_laboratorium.pdf, diakses tanggal 19 Oktober 2011)

5. Kromatografi Lapis Tipis

Teknik Kromatografi Lapis Tipis (*Thin Layer Chromatography*) dikembangkan oleh Egon Stahl dengan menghamparkan penyerap pada lempeng gelas, sehingga merupakan lapis tipis. KLT merupakan kromatografi serapan, tetapi dapat juga merupakan kromatografi partisi karena bahan penyerap telah dilapisi air dari udara (Sudjadi, 1988 : 167).

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dapat digunakan untuk keperluan yang luas dalam pemisahan – pemisahan. KLT akan memberikan hasil pemisahan yang lebih baik dengan waktu yang relatif singkat. Sebelum dilakukan teknik KLT, terlebih dahulu membuat plat kromatografi yang berfungsi untuk membentangkan penyerap dalam lapisan tipis yang bertindak sebagai penyokong yang bersifat inert. Penyerap padat yang berbentuk halus terlebih dahulu dibuat menjadi bubur dengan zat cair organik yang mudah menguap, contohnya air, dan dibentangkan di atas plat

gelas. Pembuatan lapisan tipis di atas ada beberapa cara yaitu dengan jalan penyemprotan atau pencelupan. Plat yang telah dilapisi dipanaskan pada suhu sekitar 100 °C selama beberapa waktu.

Larutan cuplikan dalam pelarut yang mudah menguap diletakkan di atas lapisan dengan menggunakan pipet atau alat penyuntik. Bila noda telah kering, plat diletakkan secara vertikal dalam bejana yang sesuai dengan tepi yang dibawah dicelupkan dalam fasa bergerak yang terpilih, maka pemisahan kromatografi penarikan akan diperoleh. Pada akhir perkembangan, pelarut dibiarkan menguap dari plat dan noda-noda yang terpisah dilokalisasi dan diidentifikasi dengan cara-cara fisika dan kimia seperti yang digunakan dalam kromatografi kertas (Hardjono, 2005 : 27). Setelah noda dikeringkan, identitas noda divisualkan dan dinyatakan dengan harga Rf (*Retardation Factor* atau faktor retensi), yaitu perbandingan jarak yang ditempuh oleh senyawa terlarut dengan jarak yang ditempuh oleh pelarut.

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh oleh senyawa terlarut}}{\text{Jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

Harga-harga Rf yang diperoleh adalah karakteristik untuk campuran tertentu dari pelarut dan penyerap yang digunakan.

Harga Rf dapat digunakan untuk keperluan kualitatif ataupun kuantitatif. Guna keperluan kualitatif dapat dilakukan dengan membandingkan harga Rf suatu senyawa murni dengan harga Rf standar. Keperluan kuantitatif biasanya digunakan untuk menentukan kadar. Plat

KLT dibaca dengan alat *TLC Scanner* yang dapat mengukur kekuatan noda berdasarkan nilai absorbansinya yang berbanding lurus dengan kadarnya.

Menurut Hardjono (2005 : 35), faktor – faktor yang dapat mempengaruhi gerakan noda dalam kromatografi lapis tipis yang juga mempengaruhi harga R_f antara lain:

- a. Struktur kimia dari senyawa yang sedang dipisahkan
- b. Sifat dari penyerap dan derjat aktivitasnya
- c. Tebal dan kerataan dari lapisan penyerap. Ketidakrataan lapisan akan menyebabkan aliran pelarut menjadi tak rata pula dalam daerah yang kecil dari plat.
- d. Pelarut (sebagai fasa gerak) dan derjat kemurniannya
- e. Derajat kejenuhan dari uap dalam bejana pengembangan yang digunakan
- f. Teknik percobaan
- g. Jumlah cuplikan yang digunakan. Penetesan cuplikan dalam jumlah yang berlebihan memberikan tendensi penyebaran noda-noda dengan terbentuknya ekor dan efek kesetimbangan lainnya yang akan mengakibatkan kesalahan – kesalahan pada harga – harga R_f .
- h. Suhu. Perubahan suhu dapat mempengaruhi perubahan – perubahan dalam komposisi pelarut.
- i. Kesetimbangan. Bila atmosfer dalam bejana tidak jenuh dengan uap pelarut, bila yang digunakan adalah pelarut campuran, akan terjadi pengembangan dengan permukaan pelarut yang berbentuk cekung dan

fasa bergerak lebih cepat pada bagian tepi – tepi daripada di bagian tengah.

6. Spektroskopi Sinar Tampak - Ultraviolet (UV-Vis)

Sinar tampak (sinar yang dapat dilihat oleh manusia) mempunyai panjang gelombang 400 – 800 nm, sedangkan cahaya ultraviolet mempunyai panjang gelombang yang lebih pendek daripada sinar inframerah yaitu sekitar 200 – 400 nm. Energi yang berkaitan dengan sinar tampak sekitar 37 sampai 75 kkal/mol dan untuk cahaya ultraviolet adalah 75 sampai 150 kkal/mol. Energi ini berhubungan dengan banyaknya energi yang diperlukan elektron untuk melompat (transisi elektronik) dari orbital molekul terisi ke orbital yang berenergi lebih tinggi, yaitu orbital energi kosong. Sinar tampak dan cahaya ultraviolet digunakan dalam spektroskopi sinar tampak-ultraviolet.

Spektrum serapan ultraviolet sangat lebar dan umumnya hanya memperlihatkan beberapa puncak saja. Puncak merupakan panjang gelombang saat terjadi maksimum. Pita pada panjang gelombang yang lebih pendek berkaitan dengan transisi elektron π , sedangkan pada panjang gelombang yang lebih panjang berkaitan dengan transisi elektron non ikatan pada atom oksigen karbonil. Intensitas absorpsi yang disebabkan oleh jenis transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ selalu lebih kuat 10 – 100 kali intensitas absorpsi yang disebabkan oleh jenis transisi $n \rightarrow \sigma^*$ atau $n \rightarrow \pi^*$. Posisi absorpsi maksimum setiap pita sesuai dengan panjang gelombang yang diperlukan

supaya terjadi transisi. Lebar pita dapat disebabkan oleh instrumen (Creswell, 1982 : 34).

Pita serapan dapat mengalami pergeseran karena faktor-faktor tertentu. Pergeseran pita serapan ke arah panjang gelombang yang lebih besar disebut batokrom (pergeseran merah), sedangkan pergeseran pita serapan ke arah panjang gelombang yang lebih kecil disebut hipsokrom (pergeseran biru). Batokrom dapat terjadi karena adanya perubahan medium atau terikatnya suatu auksokrom dalam senyawa. Auksokrom merupakan suatu substituent pada suatu kromofor yang mengakibatkan terjadinya pergeseran merah. Auksokrom tidak dapat menjalani transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, tetapi dapat menjalani transisi elektron n . Hipsokrom dapat terjadi karena perubahan medium atau sejenis fenomena seperti penghilangan konjugasi.

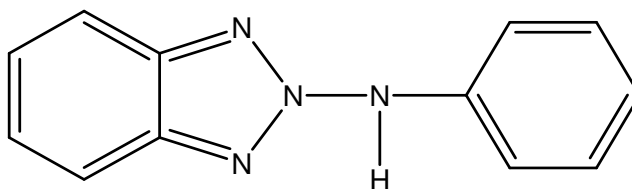
Intensitas serapan bergantung pada struktur molekul tertentu dan juga banyaknya molekul penyerap dalam lintasan cahaya. Absorbansi atau A yaitu log dari intensitas cahaya-masuk dan intensitas cahaya-keluar, dengan persamaan,

$$A = \epsilon c l \text{ (Hukum Lambert-Beer)}$$

Dengan ϵ ialah absorptivitas molar, c ialah konsentrasi larutan dalam mol per liter, dan l ialah panjang wadah sampel yang dilintasi cahaya dengan satuan sentimeter. Nilai ϵ untuk setiap puncak dalam spektrum dalam senyawa merupakan ciri tetap dari struktur molekul tertentu, misalkan untuk puncak dalam spektrum dari keton tak jenuh dengan $\lambda_{\text{maks}} = 232 \text{ nm}$ mempunyai nilai ϵ sebesar 12.600.

Spektroskopi sinar tampak-ultraviolet umumnya digunakan untuk mendeteksi ada tidaknya konjugasi dalam suatu senyawa. Molekul tanpa ikatan rangkap atau dengan satu ikatan rangkap saja tidak menyerap di daerah sinar tampak-ultraviolet (sekitar 200 – 800 nm), sedang untuk sistem terkonjugasi menyerap pada daerah tersebut. Semakin banyak konjugasi akan menyebabkan semakin panjang panjang gelombang (λ) dari serapan maksimumnya.

Berdasarkan struktur senyawa 2-anilinbenzotriazol (Gambar 13), dapat diprediksi akan muncul tiga serapan maksimum yang disebabkan oleh adanya kromofor $-C=N-N-$ dalam sistem tersebut dengan panjang gelombang maksimum lebih dari 300 nm dan dua sistem aromatik pada daerah λ_{maks} 185 – 255 nm.



Gambar 13. Struktur Senyawa 2-anilinbenzotriazol

7. Spektroskopi Inframerah

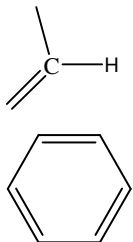
Spektroskopi inframerah (IR) berkaitan dengan interaksi molekul dengan energi radiasi inframerah dan bukan dengan berkas elektron berenergi tinggi. Molekul yang menerima atau menyerap energi, harus mendistribusikan energi tersebut ke seluruh molekul dalam beberapa cara.

Serapan energi oleh molekul kemungkinan akan menghasilkan peningkatan gerak molekul, menyebabkan ikatan renggang, terbengkok, atau terotasi. Serapan energi dapat menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari orbital energi berenergi rendah ke orbital energi berenergi tinggi.

Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar 4000 sampai dengan 400 cm^{-1} yang secara kasar dapat terbagi menjadi beberapa daerah. Daerah tersebut berkaitan dengan absorpsi yang berkaitan dengan regangan ikatan N-H, C-H, O-H, serta gerakan kontraksi. Ikatan O-H menyerap pada daerah $3600 - 3300\text{ cm}^{-1}$, ikatan N-H menyerap pada daerah $3500 - 3300\text{ cm}^{-1}$ dan regangan ikatan C-H terjadi dekat 3000 cm^{-1} . Daerah 2500 sampai 2000 cm^{-1} merupakan daerah tempat regangan ikatan rangkap tiga, baik nitril ($\text{R}-\text{C}\equiv\text{N}$) ataupun alkuna. Daerah dari 2000 sampai 1500 cm^{-1} mengandung serapan ikatan rangkap dua, baik yang berasal dari ikatan $\text{C}=\text{O}$, $\text{C}=\text{N}$, atau $\text{C}=\text{C}$. sedangkan gugus karbonil biasanya menyerap pada daerah sekitar 1780 sampai 1670 cm^{-1} . Karakteristik serapan inframerah beberapa gugus fungsional dapat dilihat pada Tabel 2.

Ikatan pada amina yang menimbulkan absorpsi inframerah yang karakteristik adalah ikatan $\text{C}-\text{N}$ dan $\text{N}-\text{H}$. Pada amina primer dan amina sekunder menunjukkan absorpsi uluran NH yang berbeda yang dapat dijumpai di sebelah kiri absorpsi CH. Pada daerah tersebut, dijumpai pula absorpsi OH dengan bentuk yang lebih lebar dan lebih kuat daripada absorpsi NH, sehingga kedua absorpsi ini dapat dibedakan satu sama lain.

Tabel 2. Karakteristik Serapan Inframerah Beberapa Gugus Fungsional

Gugus Fungsional	Posisi Pita (cm^{-1})	Intensitas Absorpsi
Alkana, gugus alkil C–H	2850 – 2960	Sedang sampai kuat
Alkena =C–H C=C	3020 – 3100 1650 – 1670	Medium Medium
Alkohol O–H C–O	3400 – 3460 1050 – 1150	Kuat, lebar Kuat
Aromatik 	3030 1600, 1500	Medium Kuat
Asam Karboksilat O–H	2500 – 3100	Kuat, sangat luas

Absorpsi ikatan OH yang lebih kuat ini disebabkan karena polaritas OH lebih besar dan ikatan hidrogen pada gugus OH juga lebih kuat (Fessenden, 1986 : 217).

Berdasarkan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa 2-anilinabenzotriazol, dapat diperkirakan serapan yang akan muncul dalam spektrum IR seperti terlihat pada Tabel 3 sebagai berikut:

Tabel 3. Perkiraan Daerah Serapan yang Terjadi dan Gugus Fungsi yang Terikat.

Daerah Serapan	Puncak	Gugus Fungsi
1600 – 1500 cm ⁻¹	Kuat	Cincin aromatik
Sebelah kanan 3000 cm ⁻¹	Medium	C-H aromatik (memperkuat keberadaan cincin aromatik)
3500 – 3100 cm ⁻¹	Medium	Amina (N-H).
1030, 1230 cm ⁻¹	Medium	Amina (C-N)
1690 – 1640 cm ⁻¹	Lemah-kuat	Imina (C=N)

8. Spektroskopi ¹H-NMR

Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) merupakan alat yang paling sering digunakan oleh kimiawan organik dalam menentukan struktur suatu molekul. Spektroskopi ¹H-NMR memberikan informasi mengenai jenis atom hidrogen dalam molekul, lingkungan kimia dari atom hidrogen tersebut, dan jumlah atom hidrogen dalam molekul. Penggunaan atom hidrogen dalam spektroskopi ini karena atom hidrogen mempunyai spin sehingga memberikan spektrum NMR, seperti halnya ¹³C.

Prinsip dasar spektroskopi ini adalah resonansi dari spin yang berputar membalik dari tingkat energi rendah ke tingkat energi tinggi akibat dikenai oleh radiasi gelombang radio yang cocok. Inti tertentu akan berperilaku seolah-olah berputar (spin) dimana akan menciptakan medan magnetik, sehingga inti tersebut berperilaku sebagai magnet kecil. Apabila inti tersebut diletakkan di antara kutub – kutub magnet yang sangat kuat, inti akan menjajarkan medan magnetiknya sejajar atau berlawanan arah dengan medan magnetik. Inti yang sejajar dengan medan terpasang mempunyai energi sedikit lebih rendah dibandingkan yang arahnya melawan medan.

Eksitasi inti pada keadaan spin ke tingkat energi yang lebih tinggi dapat terjadi dengan menggunakan kisaran frekuensi gelombang radio (Hart, 2003 : 377).

Dalam mengukur spektrum NMR, sejumlah kecil sampel senyawa dilarutkan ke dalam sejenis pelarut lembam yang tidak memiliki inti ^1H , contohnya adalah CCl_4 , CDCl_3 , CD_3COCD_3 , atau TMS (tetrametilsilan). Grafik NMR perlu dikalibrasi dan digunakan titik referensi. Senyawa yang digunakan sebagai referensi standar baik untuk spektra ^1H ataupun ^{13}C adalah TMS $\{(\text{CH}_3)_4\text{Si}\}$ sebab pada umumnya untuk semua absorpsi normal senyawa organik menghasilkan puncak tunggal di upfield. Ketika TMS ditambahkan dalam sampel, maka akan menghasilkan garis absorpsi referensi standar internal ketika spektrum tersebut sedang berjalan. Adanya absorpsi oleh suatu senyawa akan ditunjukkan dengan garis absorpsi. Tempat yang terdapat garis absorpsi tersebut dinamakan dengan pergeseran kimia (*chemical shift*, δ). Pergeseran kimia tidak bergantung pada instrumen yang digunakan, tapi bergantung pada lingkungan kimia dari hidrogen.

Pada interpretasi spektrum NMR, ada empat hal yang diperhatikan. Jumlah serapan akan menunjukkan banyaknya proton ekuivalen yang terkandung dalam suatu molekul. Pergeseran kimia akan menunjukkan bagaimana lingkungan kimia proton tersebut, integrasi serapan akan menunjukkan jumlah inti yang menyebabkan resonansi spesifik. Sedangkan pemecahan spin akibat kopling akan menunjukkan informasi tentang inti magnet tetangga.

Berdasarkan struktur dari senyawa 2-anilinbenzotriazol, dapat diperkirakan puncak yang akan muncul dalam spektrum $^1\text{H-NMR}$ seperti pada Tabel 4. Pergeseran kimia pada cincin aromatik benzotriazol lebih jauh daripada cincin aromatik anilin, sebab cincin aromatik ini dipengaruhi oleh lebih dari satu atom nitrogen yang lebih elektronegatif.

Tabel 4. Perkiraan Pergeseran Kimia (δ) yang Terjadi Pada Struktur Molekul Senyawa 2-anilinbenzotriazol

δ (ppm)	Pemecahan sinyal	Keterikatan atom H	Jumlah Proton
8 – 6,5	Doublet-triplet	Pada cincin aromatik dari benzotriazol	4 proton
8 – 6,5	Doublet-triplet	Pada gugus fenil dari anilin	5 proton
4,7 – 2,6	Singlet	Pada gugus amina (N–H) aromatik	1 proton

B. Penelitian yang Relevan

Sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol yang akan dilakukan didasari atas penelitian sebelumnya tentang mensintesis senyawa turunan 2-(2'-hidroksiaryl)benzotriazol dan 2-fenilbenzotriazol, tetapi dalam penelitian ini menggunakan metode dan reaktan yang berbeda. Dengan menggunakan metode yang berbeda ini diharapkan dapat mensintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol dengan hasil yang tidak jauh berbeda dengan penelitian sebelumnya.

Seino Suichi (1989) mensintesis senyawa 2-fenilbenzotriazol dan 2-fenilbenzotriazol-*N*-oksida dalam tiga metode. Pada metode pertama, yaitu mereduksi o-nitrobenzena dengan sakarida. Metode ini terdiri dari dua, yakni i) metode dengan satu langkah : suhu yang digunakan berkisar 60 - 80°C dan sakarida pereduksi yang cocok digunakan sekitar 1-2 mol per 1 mol bahan awal

(senyawa o-nitrobenzena); ii) metode dua langkah : pada langkah pertama, suhu yang digunakan adalah 20-80°C dan sakarida pereduksi yang digunakan sekitar 0,5-0,8 mol per 1 mol bahan awal (o-nitrobenzena), kemudian pada langkah kedua, suhu yang digunakan adalah 60-100°C dan sakarida pereduksi yang digunakan sekitar 0,5-1,5 mol per 1 mol produk intermediet (2-fenilbenzotriazol-N-oksida). Metode kedua yaitu mereduksi 2-fenilbenzotriazol-N-oksida dengan sakarida sekitar 0,5-1,5 mol per 1 mol bahan awal (senyawa 2-fenilbenzotriazol-N-oksida). Metode ketiga ialah mempreparasi senyawa 2-fenilbenzotriazol-N-oksida, yaitu mereduksi o-nitrobenzena dengan sakarida sekitar 0,5-0,8 mol per 1 mol senyawa o-nitrobenzena. Ketiga metode ini menggunakan katalis transfer hidrogen dan basa.

Katritzky dkk (1987) dalam penelitiannya yang berjudul *The Chemistry of N-Substitued Benzotriazoles. Part 1.1-(Chloromethyl)-benzotriazole* menggunakan senyawa 1-(klorometil)benzotriazol untuk direaksikan dengan nukleofilik dan 1-(feniltiometil)benzotriazol untuk direaksikan dengan elektrofilik. Pada reaksi substitusi nukleofilik, nukleofil yang digunakan oleh Katritzky dkk diantaranya adalah Cl^- , OH^- , benzotriazolil, 1-morfolinil, SP(O)(Oet)SPr , ion etoksida, ion fenoksida, ArS^- , BnS^- , ArSO_2^- , $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$, DMAP (4-dimetilaminopiridin), pirolidin, N_3^- , CN^- , ArMgBr , CH_3MgI , dan trifenilfosfat. Senyawa 1-(klorometil)benzotriazol dipreparasi dari benzotriazol, melalui 1-(hidroksimetil)benzotriazol, dengan randemen 91%. Produk yang lain merupakan hasil dari penggantian gugus klorida dengan nukleofil yang lain.

C. Kerangka Berpikir

Senyawa 2-anilinbenzotriazol merupakan senyawa turunan benzotriazol yang mempunyai cincin benzena dan empat atom nitrogen. Senyawa turunan benzotriazol yang tersubstitusi pada posisi 2 dapat berfungsi sebagai penyerap ataupun penstabil sinar UV yang umumnya digunakan pada polimer, tinta, ataupun cat. Adanya kromofor lain dalam benzotriazol dapat mempengaruhi pergeseran panjang gelombang dari benzotriazol yang mempunyai panjang gelombang maksimal (λ_{maks}) sebesar 208,20 nm dengan absorbansi 5,000 A dan 360,80 nm dengan absorbansi 0,030 A.

Pada reaksi sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol terjadi reaksi substitusi nukleofilik. Anilin yang mempunyai tingkat kebasaan rendah sebagai akibat terjadinya delokalisasi, bertindak sebagai nukleofil lemah. Anilin dapat mensubstitusi pada atom nitrogen (N-2) dalam senyawa benzotriazol melalui perpindahan elektron phi (π) N-N yang menjadikan atom nitrogen pada posisi 2 bermuatan positif. Pasangan elektron bebas dari atom nitrogen pada anilin akan menyerang atom nitrogen pada posisi 2 (N-2) yang bermuatan positif dari senyawa benzotriazol diikuti dengan delokalisasi dan pemutusan atom H yang terikat pada atom nitrogen pada posisi 1. Salah satu atom H dari atom nitrogen anilin mendonorkan elektronnya untuk menstabilkan muatan pada atom nitrogen tersebut. Atom hidrogen yang terlepas itu akan diserang oleh pasangan elektron bebas dari atom oksigen etanol. Senyawa 2-anilinbenzotriazol diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis, spektroskopi IR, dan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$, serta ditentukan titik lelehnya.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Subjek dan Objek Penelitian

1. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol.

2. Objek Penelitian

Objek penelitian ini adalah karakter dan sifat fisik senyawa 2-anilinbenzotriazol.

B. Alat dan Bahan

1. Alat yang digunakan meliputi :

- a. Spektroskopi IR (Shimadzu)
- b. Spektroskopi ^1H -NMR (JEOL)
- c. Spektroskopi UV-Vis
- d. TLC Scanner (CAMAG)
- e. Melting Point Apparatus
- f. Satu set alat refluks
- g. Plat silika gel
- h. Chamber
- i. Neraca analitik
- j. Evaporator Büchi

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. HASIL PENELITIAN

Penelitian ini telah dilakukan sebanyak 3 kali yaitu merefluks benzotriazol yang telah dilarutkan dengan etanol 70% dengan anilin dan dengan menggunakan penangas yang berbeda. Data pengamatan penelitian ini disajikan pada Tabel 5 sebagai berikut.

Tabel 5. Data Pengamatan Penelitian dengan Penangas yang Berbeda

Refluks ke-	Suhu Reaksi yang Terjadi (°C)	Penangas yang Digunakan	Produk	Hasil Uji KLT
1	74	Air	Endapan coklat tua	Rf masih sama dengan benzotriazol
2	79	Air	Endapan coklat tua	Rf masih sama dengan benzotriazol
3	80	Minyak	Endapan coklat kekuningan	Rf masih sama dengan benzotriazol

Data yang diambil pada Laporan Tugas Akhir Skripsi ini adalah hasil dari penelitian yang ketiga dengan suhu reaksi yang mendekati nilai 85°C, yaitu 80°C dengan penangas minyak. Berdasarkan hasil penelitian ini, diperoleh data hasil sintesis sebagai berikut :

1. Senyawa Produk

- a. Berat produk : 0,53 gram
- b. Bentuk produk : Padatan
- c. Warna produk : Coklat kekuningan

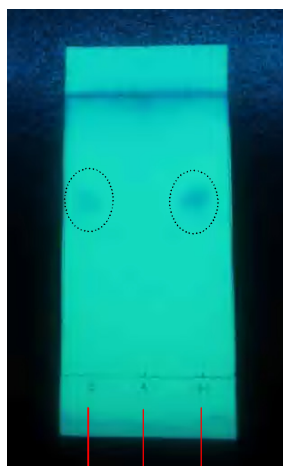
d. Titik leleh produk : 68 - 70°C

Senyawa produk ditunjukkan oleh Gambar 14.



Gambar 14. Hasil Sintesis Senyawa Produk

Plat KLT senyawa produk dielusi untuk mengetahui apakah senyawa yang disintesis berbeda dengan bahan awal. Eluen yang digunakan adalah campuran kloroform-etil asetat dengan perbandingan 7 : 3. Berikut adalah kromatogram KLT senyawa produk (Gambar 15).



B A H

Keterangan :

B : Benzotriazol

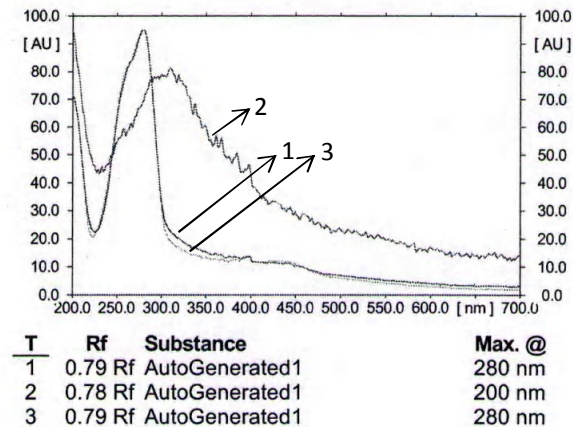
A : Anilin

H : Hasil Sintesis

Gambar 15. Kromatogram KLT Senyawa Produk

Plat KLT kemudian di-*scanning* untuk mengetahui tingkat kemurnian dan Rf dari senyawa produk. Hasil dari *TLC Scanner* disajikan dalam Gambar 16.

AutoGenerated1 on all Tracks



Keterangan:

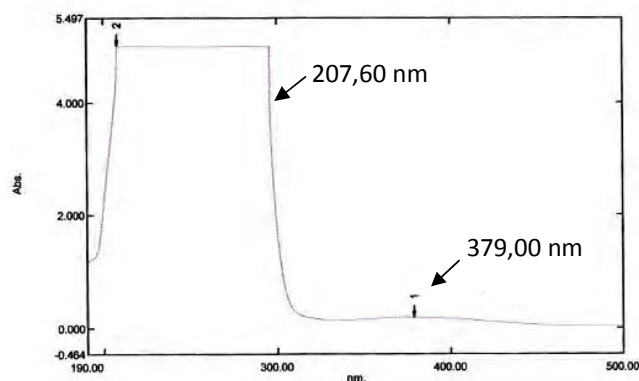
1. Senyawa benzotriazol
2. Anilin
3. Senyawa Produk

Gambar 16 . Kromatogram Hasil *TLC Scanner* Terhadap Plat KLT

2. Hasil Analisis dengan Spektroskopi

a. Spektroskopi UV-Vis

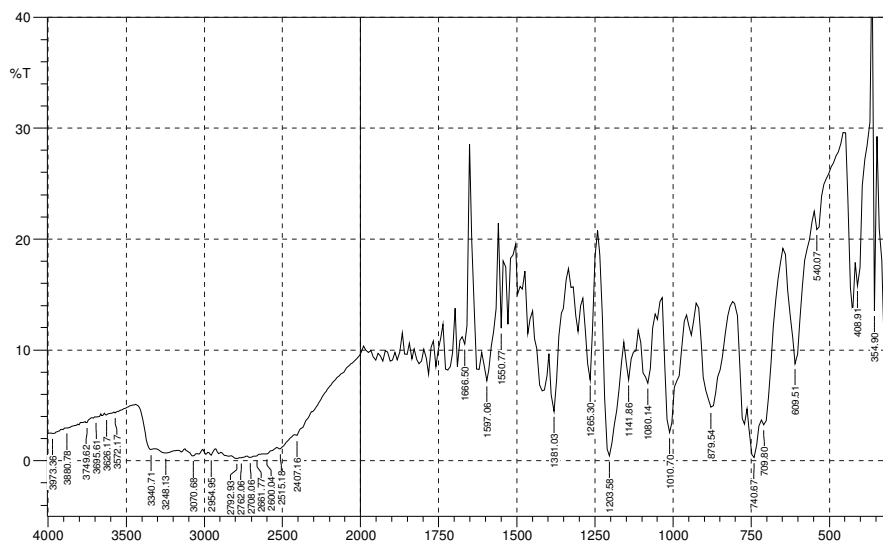
Senyawa produk menunjukkan serapan pada 207,60 nm dengan intensitas serapan sebesar 5,000 A dan 379,00 nm dengan intensitas serapan sebesar 0,195 A. Spektrum UV-Vis senyawa produk dapat dilihat pada Gambar 17 sebagai berikut.



Gambar 17. Spektrum UV-Vis Senyawa Produk

b. Spektroskopi IR

Spektrum IR dari senyawa produk ditunjukkan oleh Gambar 18 sebagai berikut.



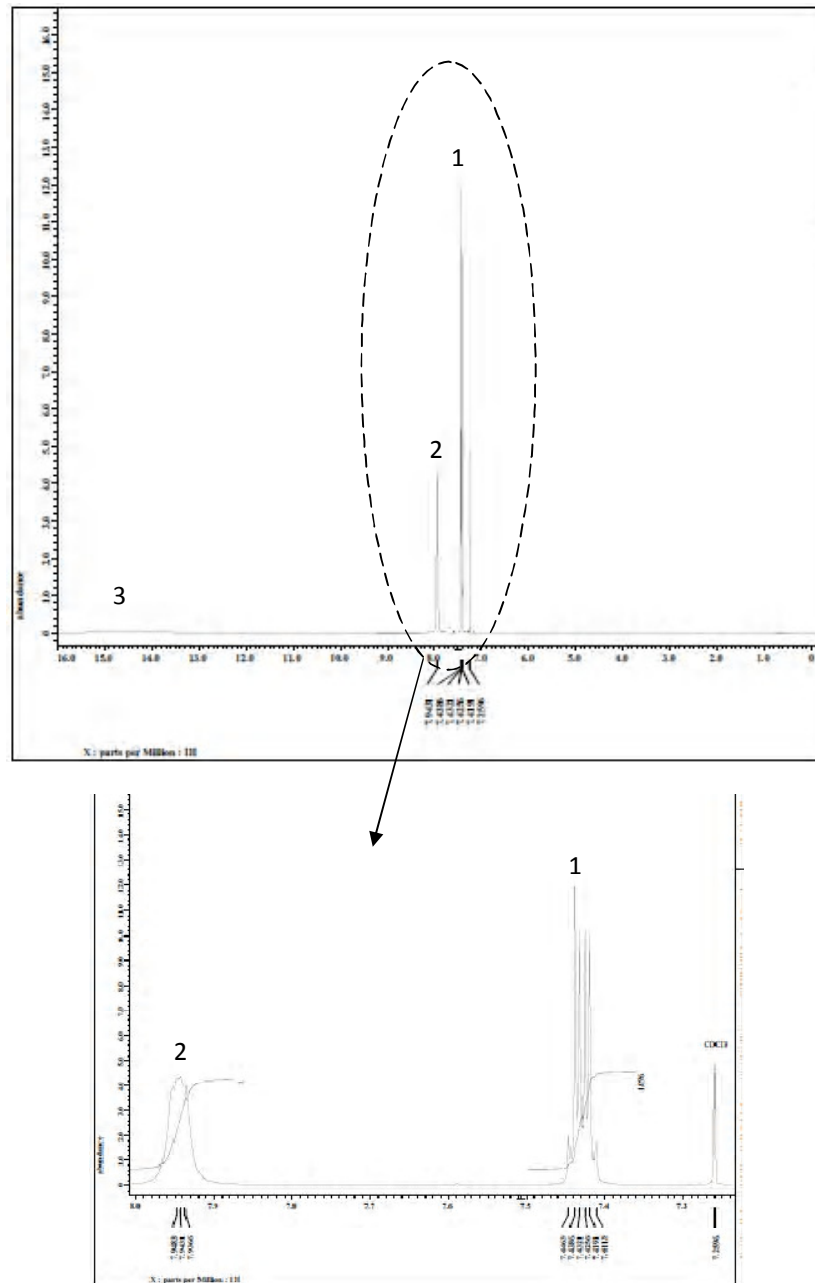
Gambar 18. Spektrum IR Senyawa Produk

Data spektra IR diatas menunjukkan adanya gugus N–H sekunder pada serapan $3340,71\text{ cm}^{-1}$ (muncul satu serapan), gugus --C=N-- pada $1666,50\text{ cm}^{-1}$, serta gugus C=C aromatik pada $1597,06\text{ cm}^{-1}$ yang diperkuat dengan serapan pada $3070,68\text{ cm}^{-1}$ dan $3248,13\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan C–H aromatik.

c. Spektroskopi $^1\text{H-NMR}$

Data spektra $^1\text{H-NMR}$ (Gambar 19) memperlihatkan adanya tiga puncak. Puncak 1 terjadi pada pergeseran kimia (δ) 7,42 ppm menunjukkan adanya proton H yang terikat pada cincin aromatik. Puncak 2 terjadi pada δ 7,94 ppm menunjukkan adanya atom H yang

terikat pada cincin aromatik pula. Puncak 3 terjadi pada δ 14,4 ppm. Perbandingan integrasi sinyal pada puncak 1 dan 2 adalah 1 : 1, sehingga jumlah proton pada kedua puncak tersebut adalah sama.



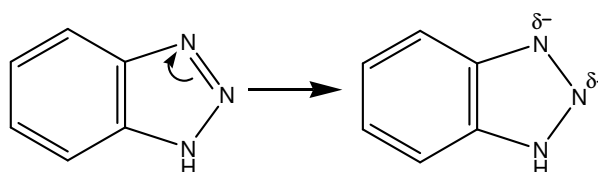
Gambar 19. Spektrum ^1H -NMR Senyawa Produk

B. PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol dari anilin dan benzotriazol dengan metode reaksi substitusi nukleofilik, menghitung rendemen senyawa produk, serta mengetahui karakter dan sifat fisik dari senyawa yang dihasilkan. Sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol menggunakan bahan dasar benzotriazol ($C_6H_4N_3H$) dan anilin ($C_6H_5NH_2$) dengan perbandingan mol 1 : 1. Pelarut yang digunakan yaitu etanol 70%. Senyawa produk direkristalisasi dengan menggunakan larutan etanol kemudian dievaporasi hingga kering dan terbentuk kristal. Penelitian ini dilakukan sebanyak tiga kali refluks dan menghasilkan suhu reaksi yang berbeda. Pada refluks pertama, suhu reaksi yang terjadi adalah $74^{\circ}C$ dengan menggunakan penangas air. Pada refluks yang kedua, suhu reaksi yang terjadi adalah $79^{\circ}C$ dengan penangas air. Senyawa produk dari kedua hasil refluks tersebut menunjukkan spot dengan R_f yang sama dengan benzotriazol saat dilakukan uji KLT. Penelitian dilanjutkan dengan refluks ketiga dengan menggunakan penangas minyak. Suhu reaksi yang terjadi adalah sebesar $80^{\circ}C$. Senyawa produk yang kemudian dikarakterisasi lebih lanjut adalah senyawa produk hasil refluks ketiga sebab suhu reaksi yang terjadi paling besar. Berat senyawa yang dihasilkan adalah 0,53 gram dan mempunyai titik leleh sebesar $68-70^{\circ}C$. Kisaran titik leleh ini berbeda dengan titik leleh benzotriazol yang berkisar pada $73 - 74^{\circ}C$.

Pada sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol terjadi reaksi substitusi nukleofilik. Benzotriazol mempunyai tiga atom nitrogen dengan gugus kromofor $-N=N-$. Kestabilan kromofor $-N=N-$ diberikan oleh sistem orbital π dalam inti

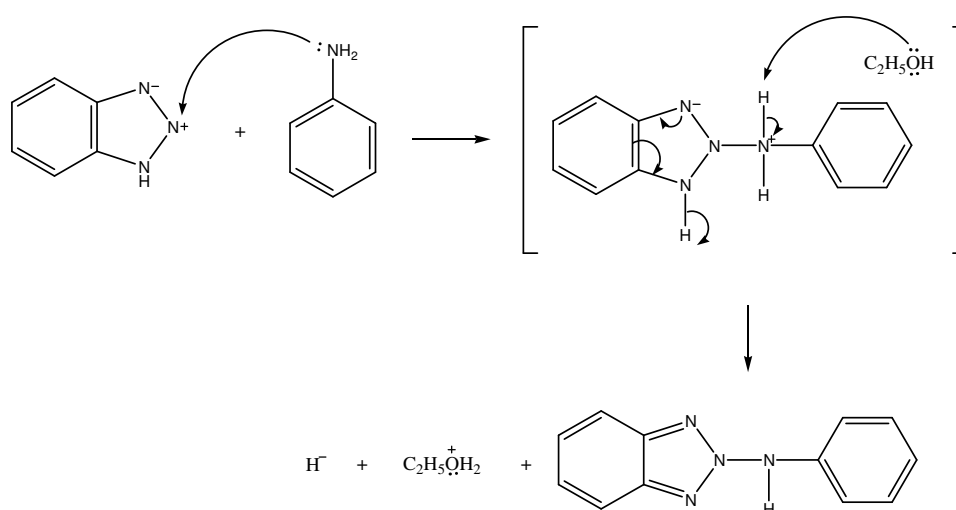
aromatik karena kecilnya kerapatan elektron, sehingga cincin aromatik dan kromofor ini mengalami delokalisasi. Hal ini yang menyebabkan kromofor azo tersebut lemah sebagai elektrofil. Ketika benzotriazol dilarutkan dalam etanol dan dipanaskan, akan terjadi perpindahan elektron π dari atom N-2 ke atom N-3, sehingga membentuk suatu intermediat dimana N-2 akan bermuatan positif. Dengan demikian, terdapat peluang nukleofil untuk menyerang N-2. Atom N-3 lebih elektronegatif dibandingkan atom N-1 karena atom N-1 telah mengikat hidrogen sehingga berkurang kereaktifannya (bersifat sebagai donor elektron).



Gambar 20. Perpindahan Elektron π Pada Senyawa Benzotriazol

Anilin, yang mempunyai tingkat kebasaan rendah sebagai akibat terjadinya delokalisasi, bertindak sebagai nukleofil yang bersifat lemah dalam reaksi sintesis ini, sehingga reaksi yang terjadi adalah reaksi substitusi nukleofilik unimolekuler (S_N1). Dalam reaksi ini, yang berperan sebagai penyerang adalah atom nitrogen dari anilin karena mempunyai pasangan elektron bebas. Berbeda dengan amina aromatik tersier, atom nitrogen dari amina aromatik primer ini akan menyerang atom N-2 benzotriazol yang bermuatan positif karena atom nitrogen tersebut lebih reaktif dibandingkan cincin aromatik anilin. Atom nitrogen anilin akan bermuatan positif karena telah berikatan dengan atom N-2 benzotriazol. Atom hidrogen yang terikat pada atom nitrogen anilin kemudian lepas setelah mendonorkan elektronnya untuk menstabilkan muatan positif pada atom nitrogen tersebut. Atom

hidrogen yang terlepas diserang oleh pasangan elektron bebas dari atom oksigen etanol. Atom N-3 benzotriazol mendonorkan elektronnya ke arah cincin aromatik sehingga terbentuk suatu gugus imina ($-C=N-$) yang kemudian diikuti delokalisasi. Proses yang terakhir yaitu pemutusan atom hidrogen yang terikat pada atom N-1 benzotriazol sebagai gugus lepas atau *leaving group*. Reaksi penyerangan anilin terhadap benzotriazol tersebut ditunjukkan oleh Gambar 21.



Gambar 21. Reaksi Penyerangan Anilin Terhadap Benzotriazol

Untuk mengetahui keberhasilan reaksi sintesis ini, dilakukan identifikasi struktur terhadap senyawa produk dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis, spektroskopi IR, dan spektroskopi NMR.

Analisis dengan Kromatografi Lapis Tipis bertujuan untuk mengetahui apakah senyawa yang dihasilkan berbeda atau sama dengan bahan awal (benzotriazol dan anilin). Eluen yang digunakan berupa campuran pelarut kloroform dan etil asetat dengan perbandingan 7 : 3. Hasil elusi plat KLT dilanjutkan dengan penyinaran dengan sinar UV untuk memvisualkan spot.

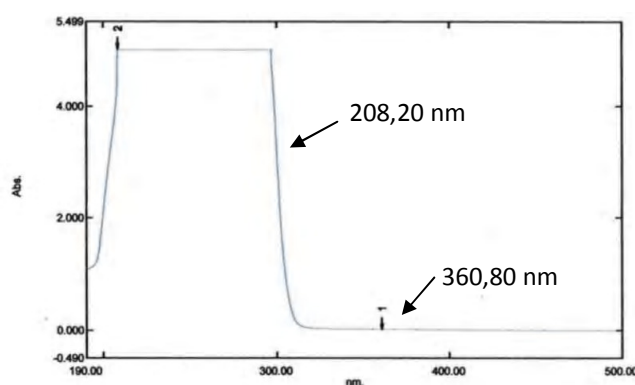
Panjang gelombang sinar UV yang digunakan adalah 254 nm. Hasil visualisasi spot menunjukkan adanya satu spot atau noda dari benzotriazol dan senyawa produk. Spot anilin tidak terlalu jelas terlihat. Spot benzotriazol dan senyawa produk memiliki Rf yang sama yaitu 0,79 dan tingkat kemurnian senyawa produk adalah 100%, namun mempunyai warna kristal yang berbeda. Benzotriazol berwarna putih sedangkan senyawa produk berwarna coklat kekuningan. Perbedaan warna kristal antara bahan awal dengan senyawa produk diyakini telah menunjukkan terjadinya suatu reaksi kimia. Untuk mengetahui apakah telah terbentuk senyawa baru, dilanjutkan analisis dengan spektroskopi UV-Vis.

Analisis dengan spektroskopi UV-Vis bertujuan untuk mendeteksi adanya sistem konjugasi dan untuk mengetahui adanya kromofor dari senyawa yang dianalisis. Gugus kromofor adalah gugus tak jenuh yang dapat menjalani transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, $n \rightarrow \pi^*$, dan $n \rightarrow \sigma^*$. Pelarut yang digunakan adalah etanol karena harganya murah dan dapat memberikan serapan yang jelas di sekitar 210 nm (Williams dan Fleming, 1985 : 2).

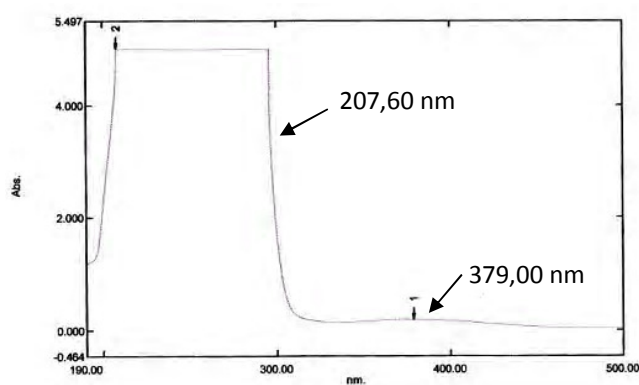
Pada spektrum UV-Vis senyawa produk terdapat dua puncak. Puncak 1 dengan λ_{maks}^{EtOH} sebesar 379,00 nm dan intensitas serapan 0,195 A dapat disebabkan oleh transisi elektron $n \rightarrow \pi^*$ atau $n \rightarrow \sigma^*$. Akan tetapi, berdasarkan struktur senyawa 2-anilinbenzotriazol (Gambar 12), puncak 1 dapat disebabkan oleh transisi elektron $n \rightarrow \pi^*$ dari kromofor $-C=N-$. Puncak 2 pada spektrum ini mempunyai λ_{maks}^{EtOH} sebesar 207,60 nm dan intensitas serapan 5,000 A yang disebabkan oleh transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$. Transisi ini juga menyebabkan intensitas absorbansinya lebih besar daripada transisi jenis elektron $n \rightarrow \pi^*$.

Spektrum UV-Vis senyawa produk (Gambar 17) kemudian dibandingkan dengan spektrum UV-Vis benzotriazol (Gambar 22). Puncak 1 dari senyawa produk ternyata mempunyai panjang gelombang yang lebih besar dibandingkan puncak 1 dari benzotriazol (λ_{maks}^{EtOH} sebesar 360,80 nm). Hal ini dapat terjadi karena terikatnya auksokrom $-NH-$ pada kromofor $-N=N-$ dari benzotriazol yang menyebabkan terjadinya efek batokromik (pergeseran ke arah panjang gelombang yang lebih besar). Auksokrom $-NH-$ juga dapat menaikkan intensitas absorbansi (intensitas serapan puncak 1 dari benzotriazol adalah 0,030 A). Penambahan auksokrom ini dapat terlihat dari terbentuknya warna kuning ketika dilarutkan dalam etanol. Puncak 2 dari senyawa produk mempunyai panjang gelombang yang lebih pendek dari puncak 2 dari benzotriazol. Fenomena ini dapat terjadi karena sistem aromatik pada senyawa produk telah berkurang konjugasinya sehingga menyebabkan pergeseran pita serapan ke panjang gelombang yang lebih pendek (hipsokromik).

Melihat struktur molekul senyawa 2-anilinbenzotriazol (Gambar 13), pada spektrum UV-Vis senyawa produk harusnya terjadi tiga puncak yang berasal dari cincin aromatik benzotriazol, kromofor azo yang mengikat auksokrom $-NH-$, dan cincin aromatik dari anilin. Akan tetapi pada spektrum UV-Vis senyawa produk yang didapat, hanya muncul dua puncak. Dengan demikian, dapat dikatakan penelitian ini tidak menghasilkan senyawa 2-anilinbenzotriazol, namun dengan adanya perbedaan warna antara senyawa produk dan benzotriazol saat dilarutkan dalam etanol, analisis terhadap senyawa produk kemudian dilanjutkan dengan spektroskopi IR.



Spektrum UV-Vis benzotriazol



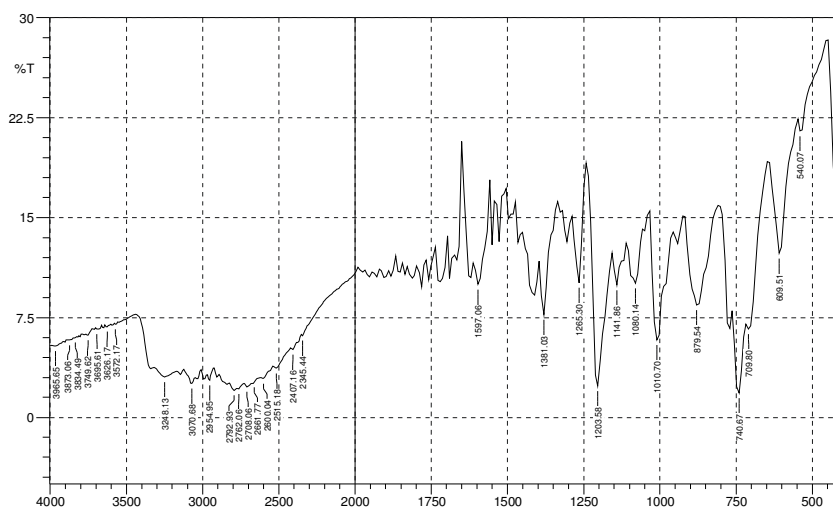
Spektrum UV-Vis senyawa produk

Gambar 22. Perbandingan Spektrum UV-Vis Benzotriazol dengan Senyawa Produk

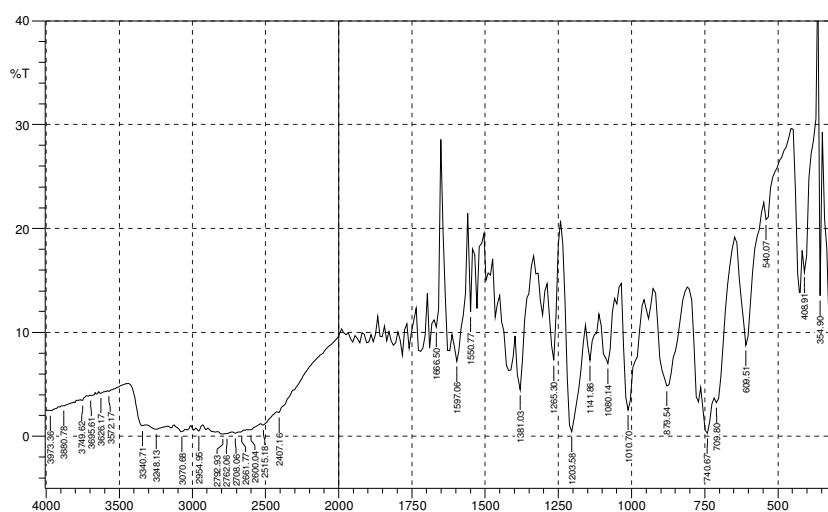
Analisis dengan spektroskopi IR bertujuan untuk mengetahui adanya gugus-gugus fungsional yang terdapat pada senyawa produk. Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar 4000 sampai dengan 400 cm^{-1} yang secara kasar dapat terbagi menjadi beberapa daerah. Analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan spektrum IR senyawa produk dengan spektrum IR senyawa benzotriazol. (Gambar 23).

Spektrum IR senyawa produk (Gambar 18) mempunyai pola spektrum yang sama atau identik dengan spektrum IR senyawa benzotriazol. Spektrum IR senyawa produk menunjukkan adanya serapan $\text{C}=\text{C}$ aromatik pada frekuensi

1597,06 cm^{-1} yang diperkuat dengan adanya serapan C–H aromatik pada frekuensi 3070,68 cm^{-1} dan 3248,13 cm^{-1} . Frekuensi 3340,71 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan N–H sekunder karena mempunyai satu serapan pada daerah 3500 – 3300 cm^{-1} .



Spektrum IR Benzotriazol



Spektrum IR Senyawa Produk

Gambar 23. Perbandingan Spektrum IR Benzotriazol dengan Senyawa Produk

Secara teori, amina aromatik sekunder mempunyai bentuk serapan yang tajam. Akan tetapi pada spektrum IR senyawa produk, serapan amina aromatik tersebut tidak terlalu jelas. Hal ini dikarenakan terjadi tumpang tindih dengan serapan OH yang melebar pada daerah $3600 - 3300 \text{ cm}^{-1}$. Gugus OH dapat berasal dari adanya sedikit air atau masih adanya pelarut etanol dalam sampel. Gugus $\text{C}=\text{N}$ ditunjukkan oleh serapan lemah yang terjadi pada daerah $1666,50 \text{ cm}^{-1}$. Gugus $\text{C}-\text{N}$ dari amina ditunjukkan oleh serapan pada frekuensi $1265,30 \text{ cm}^{-1}$. Perbandingan hasil spektrum IR senyawa benzotriazol dengan spektrum IR senyawa produk ditunjukkan oleh Tabel 5.

Tabel 6. Perbandingan Bilangan Gelombang Senyawa Produk dan Benzotriazol Dalam Spektrum IR

No	Gugus Karakteristik	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	
		Benzotriazol	Produk
1	$\text{C}=\text{C}$ aromatis	1597,06	
2	$\text{C}-\text{H}$ aromatis	3070,68 dan 3248,13	
3	$\text{C}-\text{N}$ amina	1265,30	
4	$\text{N}-\text{H}$ sekunder	-	3340,71
5	$\text{C}=\text{N}$	-	1666,50

Melihat perbandingan bilangan gelombang dan pola spektrum diatas terdapat dua kemungkinan yaitu sintesis berhasil tapi serapan dari gugus fungsi saling tumpang tindih sehingga tidak terlihat dan sintesis tidak berhasil. Akan tetapi, terdapat perbedaan warna dari hasil sintesis dengan bahan awal. Dengan melihat perbedaan ini dan hasil dari spektroskopi UV-Vis, identifikasi terhadap senyawa produk dilanjutkan dengan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$.

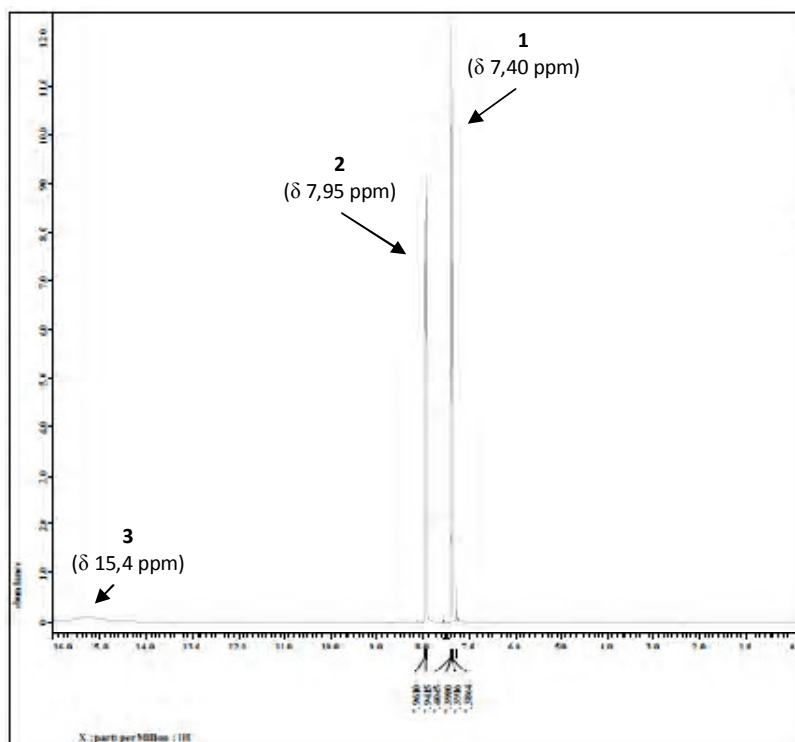
Analisis dengan spektroskopi ^1H -NMR dapat memberikan gambaran tentang jenis atom hidrogen dalam molekul, lingkungan kimia dari atom hidrogen tersebut, dan jumlah atom hidrogen dalam molekul. Prinsip dasar spektroskopi ini adalah resonansi dari spin yang berputar membalik dari tingkat energi rendah ke tingkat energi tinggi akibat dikenai oleh radiasi gelombang radio yang cocok. Pelarut yang digunakan dalam analisis senyawa 2-anilinbenzotriazol adalah CDCl_3 .

Pada spektrum ^1H -NMR senyawa produk mempunyai tiga puncak. Puncak 1 terjadi pada pergeseran kimia (δ) 7,42 ppm dengan pemecahan puncak yang multiplet menunjukkan adanya proton H yang terikat pada cincin aromatik. Puncak 2 yang terjadi pada pergeseran kimia (δ) 7,94 ppm yang menunjukkan adanya atom H yang terikat pada cincin aromatik pula. Puncak 3 terjadi pada pergeseran kimia (δ) 14,4 ppm dengan puncak tunggal dan melebar. Proton H dengan δ 14,4 diprediksi berdekatan dengan atom elektronegatif (yaitu atom nitrogen) dari senyawa aromatik heterosiklik. Proton ini akan mengalami pengaruh *deshielding* atau tidak terlindungi, sehingga akan bergeser ke arah *downfield* dan menjauhi TMS. Pemecahan puncak 3 tidak terlalu tajam dan melebar tersebut disebabkan adanya perubahan kimia seperti adanya sejumlah kecil asam dan air. Perbandingan integritas sinyal puncak 1 dan 2 adalah 1 : 1 yang berarti bahwa kedua puncak tersebut mempunyai jumlah proton yang sama. Hasil analisa terhadap spektrum ^1H -NMR pada senyawa produk disajikan dalam Tabel 7.

Tabel 7. Data Hasil Analisis Spektrum ^1H -NMR Senyawa Produk

No	δ (ppm); <i>splitting</i>	Perkiraan Proton
1	7,42; multiplet	=CH aromatik
2	7,94; triplet	=CH aromatik

Perkiraan awal, sintesis ini akan menghasilkan senyawa 2-anilinbenzotriazol, namun pada kenyataannya senyawa yang dihasilkan berbeda dengan senyawa tersebut. Hal ini diperjelas oleh spektra ^1H -NMR yang menunjukkan tidak adanya gugus amina aromatik sekunder ($-\text{NH}-$) yang menyerap pada daerah δ 4,7 – 2,6 ppm dan serapan dari cincin aromatik dari anilin pada daerah δ 8,0 – 6,5. Spektrum ^1H -NMR senyawa produk kemudian dibandingkan dengan spektrum ^1H -NMR benzotriazol dan spektrum ^1H -NMR benzotriazol dari *Spectral Data Base System* atau SDBS (Gambar 24).

**Spektrum ^1H -NMR Benzotriazol**

1
(7,393 ppm)

2
(7,946 ppm)

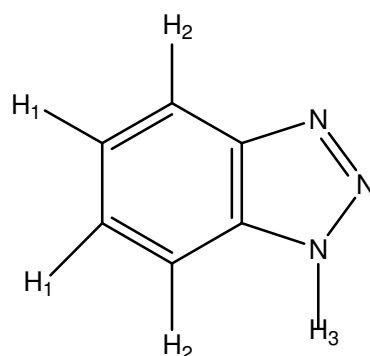
3
(16 ppm)

ppm

HSP-03-824

Gambar 24. Perbandingan Spektrum ^1H -NMR Benzotriazol, Senyawa Produk, dan Benzotriazol dari SDBS

Ketiga spektrum ini mempunyai pola yang hampir sama dan nilai pergeseran kimia yang tidak jauh berbeda. Dengan demikian, perkiraan posisi proton senyawa produk berdasarkan analisis menggunakan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ disajikan pada Gambar 25.



Gambar 25. Perkiraan Posisi Proton Senyawa Produk

Berdasarkan hasil analisis dengan menggunakan spektroskopi U-Vis, IR, dan $^1\text{H-NMR}$, maka diperkirakan bahwa senyawa hasil sintesis dari penelitian ini masih merupakan bahan dasar yaitu benzotriazol. Sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol menggunakan reaksi substitusi nukleofilik dengan bahan dasar benzotriazol dan anilin tidak berhasil disintesis. Hal ini dimungkinkan karena anilin yang direaksikan dengan benzotriazol telah rusak karena terkontaminasi. Dengan demikian, anilin yang bereaksi dengan benzotriazol sangat sedikit. Sedikitnya anilin yang bereaksi akan menyebabkan benzotriazol yang bereaksi dengan anilin juga sedikit, sehingga senyawa produk masih didominasi oleh benzotriazol. Suhu yang kurang optimal juga dapat menyebabkan reaksi yang terjadi kurang optimal. Dalam penelitian ini, suhu reaksi hanya dapat mencapai 80°C padahal suhu yang seharusnya digunakan adalah $85 - 90^\circ\text{C}$. Perhitungan

randemen tidak dapat dilakukan karena senyawa produk yang dihasilkan bukan senyawa produk yang diinginkan yaitu senyawa 2-anilinbenzotriazol.

- k. Alat-alat gelas laboratorium kimia : gelas ukur, gelas beker, pengaduk gelas, corong gelas, erlenmeyer, labu ukur, pipet ukur, pipet tetes, dan gelas arloji.
- 2. Bahan yang digunakan meliputi:
 - a. Kristal Benzotriazol
 - b. Anilin
 - c. Akuades
 - d. Etanol 70%

C. Prosedur Penelitian

1. Sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol

Satu set alat refluks yang terdiri dari labu leher tiga, termometer, sumbat gabus, dan pendingin bola dipersiapkan. Sebanyak 1,19 gram benzotriazol dilarutkan dalam 25 ml pelarut etanol 70% dan dimasukkan ke dalam labu refluks. Selanjutnya ditambahkan sebanyak 0,92 ml anilin pada larutan benzotriazol. Campuran senyawa tersebut direfluks dengan *hot plate* dan *magnetic stirrer* selama 5 jam. Senyawa hasil refluks kemudian didinginkan selama 2 jam. Guna memperoleh endapan dilakukan evaporasi terhadap senyawa hasil refluks.

Rekristalisasi dilakukan dengan melarutkan senyawa hasil refluks dengan pelarut etanol sebanyak 6 ml dan dipanaskan hingga larut yang kemudian disaring dalam keadaan panas. Filtrat hasil penyaringan dievaporasi hingga terbentuk kristal kembali. Senyawa produk tersebut

kemudian ditentukan titik lelehnya dan dilakukan uji kemurnian dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).

Plat KLT silika gel F₂₅₄ yang digunakan berukuran 4 x 10 cm. Pada dasar plat diberi batas untuk mengetahui titik awal. Jarak antara tepi atas dan tepi bawah dengan panjang gerak eluen adalah 1 cm. Jarak tempuh pelarut sepanjang 8 cm. Setiap larutan ditotolkan pada lempeng KLT dengan jarak antar totol 1 cm. Lempeng kemudian dielusi dengan menggunakan eluen klorofom - etil asetat dengan volume total sebanyak 10 ml dan perbandingan 7 : 3. Setelah elusi selesai, lempeng dikeringkan kemudian dianalisis dengan *TLC Scanner* untuk mengetahui harga R_f. Kromatografi KLT dilakukan untuk mengetahui kemurnian senyawa produk.

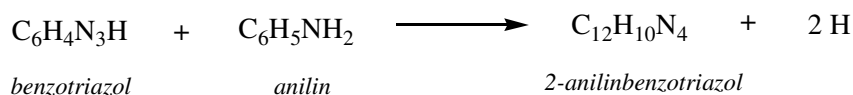
2. Identifikasi senyawa hasil sintesis

Senyawa produk diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis, spektroskopi IR, dan spektroskopi ¹H-NMR. Spektrum hasil analisis dengan ketiga spektroskopi tersebut kemudian diinterpretasi.

D. Teknik Analisa Data

1. Data Kuantitatif

Untuk menghitung rendemen berdasarkan reaksi :



Berdasarkan persamaan reaksi diatas, satu mol reaktan akan menghasilkan satu mol produk. Penghitungan randemen 2-anilinbenzotriazol yaitu :

$$\text{Randemen} = \frac{\text{berat senyawa hasil sintesis}}{\text{berat senyawa secara teori}} \times \% \text{ kemurnian } \textit{TLC Scanner}$$

2. Data Kualitatif

Senyawa hasil sintesis ditentukan titik lelehnya kemudian diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis, spektroskopi IR, dan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$.

BAB V

KESIMPULAN

A. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik beberapa kesimpulan, yaitu :

1. Identifikasi terhadap senyawa produk dengan spektroskopi UV-Vis, IR dan ¹H-NMR menunjukkan bahwa sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol tidak berhasil dilakukan dan masih merupakan bahan dasar yaitu benzotriazol.
2. Randemen senyawa produk tidak dapat dihitung karena senyawa produk masih merupakan bahan dasar.
3. Senyawa produk berbentuk kristal berwarna coklat agak kekuningan dengan kisaran titik leleh sekitar 68 - 70°C.

B. SARAN

Sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol dengan bahan dasar benzotriazol dan anilin tidak berhasil dilakukan, oleh karena itu:

1. Perlu dilakukan optimalisasi suhu reaksi dengan menggunakan penangas lain seperti pasir, sehingga dapat diperoleh senyawa yang diinginkan.
2. Waktu reaksi perlu divariasi untuk mendapatkan waktu reaksi yang tepat yang dapat digunakan untuk reaksi sintesis senyawa 2-anilinbenzotriazol.

DAFTAR PUSTAKA

- Alder, R.W; Baker, R.; and Brown, J.M. (1982). *Mechanism in Organic Chemistry*. Chichester : John Wiley & Sons Ltd.
- Creswell, Clifford J.; Runquist, Olaf A.; Campbell, dan Malcolm M. (1982). *Analisis spektrum senyawa organik*. Bandung : Penerbit ITB.
- Dasli Noerdin. (1985). *Eludasi Struktur Senyawa Organik Dengan Cara Spektroskopi Ultralembayung dan Inframerah*. Bandung : ANGKASA.
- Eko Rini. (2008). Inhibisi Benzotriazol pada Korosi Baja Karbon dalam Larutan Asam Klorida pada Suhu 45 °C. *Skripsi*. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Farion, I.A; Khaltarov, Z.M; Kushnarev, D.F; and Rokhin, A.V. (2008). Synthesis of benzotriazolylsuccinimides in melt. *Russian Chemical Bulletin*, International Edition. 57 (2). 409 – 411.
- Farkas, Renata; dkk. (2010). Synthesis of New 2-(2'-Hydroxyaryl)benzotriazoles and Evaluation of Their Photochemical Behavior as Potential UV-Filters. *Molecules*. **15**. 6205-6216.
- Fessenden, Ralph J.; dan Fessenden, Joan S. (1986). *Kimia Organik, Edisi Ketiga, Jilid 2* (diterjemahkan oleh Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Ph.D). Jakarta : ERLANGGA.
- Hardjono Sastrohamidjojo. (1992). *Spektroskopi Infra Merah*. Yogyakarta : LIBERTY.
- (1994). *Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (Nuclear Magnetic Resonance, NMR)*. Yogyakarta : LIBERTY.
- (2005). *Kromatografi*. Yogyakarta : LIBERTY.
- Hardjono Sastrohamidjojo dan Harno Dwi Pranowo. (2009). *Sintesis Senyawa Organik*. Jakarta : ERLANGGA.
- Hart, Harold; Craine, Leslie E.; dan Hart, David J. (2003). *Kimia Organik, Suatu Kuliah Singkat, Edisi Kesebelas* (diterjemahkan oleh Suminar Setiati Achmadi, Ph.D). Jakarta : ERLANGGA.
- <http://en.wikipedia.org/wiki/Aniline>, diakses tanggal 4 Oktober 2011.
- <http://en.wikipedia.org/wiki/Benzotriazole>, diakses tanggal 4 Oktober 2011.

- <http://chemistry.tutorvista.com/inorganic-chemistry/nucleophilic-substitution-reactions-of-complexes.html>, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- http://chemwiki.ucdavis.edu/Organic_Chemistry/Virtual_Textbook_of_OChem/Amines/Nomenclature_and_Structure_of_Amines, diakses tanggal 19 Oktober 2011
- http://chemwiki.ucdavis.edu/Organic_Chemistry/Virtual_Textbook_of_OChem/Amines/Reactions_of_Aryl_Diazonium_Salts, , diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- http://en.wikipedia.org/wiki/Diazonium_compound, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- http://en.wikipedia.org/wiki/SN2_reaction, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- <http://fathiyyah48.blogspot.com/2009/01/kuliah-kimia-polymer.html>, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- <http://india.bigpatents.org/apps/4kwt2iwg>, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- http://pustaka.unpad.ac.id/wp-content/uploads/2009/06/keselamatan_laboratorium.pdf, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi, diakses tanggal 7 Januari 2011
- <http://www.chemguide.co.uk/mechanisms/nucsub/amines.html>, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- <http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/react3.htm>, diakses tanggal 19 Oktober 2011.
- Jancis, Elmar Harry. (1976). Method of Making Hidroxyarylbenzotriazoles and Their N-Oxides. *United States Patent*. Patent Number : 3,978,074.
- Katrizky, Alan R.; Nichols, Daniel A.; and Voronkov, Michael V. (2000). Synthesis and reactions of α -benzotriazolylenamines : stable analogs of α -Chloroenamines. *ARKIVOC*. V. 667 – 683.
- Katrizky, Alan R.; Rachwal, Stainislaw; Caster, Kenneth C.; Mahni, Fatma. (1987). The Chemistry of N-Substitued Benzotriazole, Part 1, 1-(Chloromethyl)-benzotriazole. *Journal Chemistry Society, Perkin Trans. 1*. 781 – 789.

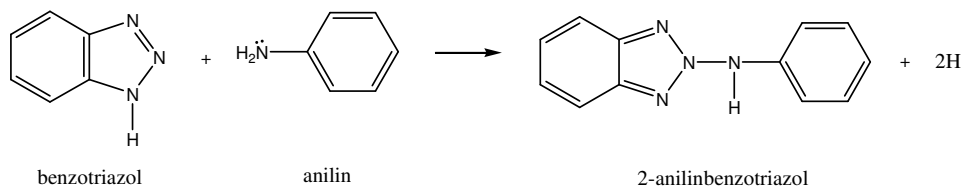
- Katritzky, Alan R. (tanpa tahun). Short Course on Heterocyclic Chemistry.
- Kemp, Williams. (1975). *Organic Spectroscopy, Priced Edition*. Surrey : The Gresham Press.
- Laver, Hugh S. (1991). Light-Stabilized Ink Composition. *United States Patent*. Patent Number : 5,124,723.
- Lazarevic, Marija D.; Csanádi, János; and Klisrova, Ljiljana. (1995). Synthesis of New Benzotriazole Derivates. *Bulletin of the Chemists and Technologist of Macedonia*. 14 (1). 19 – 22.
- Marham Sitorus. (2009). *Spektroskopi, Eludasi Struktur Molekul Organik*. Yogyakarta : Graha Ilmu.
- Mečiarová, Mária; Toma, Štefan; Podlesná, Jana; Kiripolský, Michal; and Císařová, Ivana. (2003). Study of Ultrasound Promoted Aromatic Nucleophilic Substitution of Halobenzenes with Amines. *Monatshefte für Chemie*. 134. 37 – 43.
- Seino, Shiuchi. (1988). Method of Preparing 2-phenylbenzotriazole and 2-phenylbenzotriazoles-N-oxides. *United States Patent*. Patent Number : 4,780,541.
- Sumar Hendayana, Asep Kadarohman, Aa Sumarna, dan Asep Supriatna. (1994). *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang : IKIP Semarang Press.
- Sudjadi. (1988). *Metode Pemisahan*. Yogyakarta : KANISIUS.
- Sykes, Peter. (1986). *Penuntun, Mekanisme Reaksi Kimia Organik, Edisi Keenam* (diterjemahkan oleh Anton J. Hartomo, C.J Sugihardjo, Leo Broto S.K, dan Sukartini dengan judul asli *A Guidebook to Mechanism In Organic Chemistry*). Jakarta : PT. Gramedia
- Williams, Dudley H, and Flemming, Ian. (1995). *Spectroscopic Methods In Organic Chemistry, fifth edition*. Berkshire : McGraw-Hill Book Company Europe.

LAMPIRAN

Lampiran 1.

Perhitungan Jumlah Bahan yang Diperlukan

Reaksi



Perbandingan mol reaktan : mol produk adalah 0,01 : 0,01 atau 1 : 1.

1. Benzotriazol

Mol benzotriazol = 0,01 mol

Mr benzotriazol = 119,12 gr/mol

Benzotriazol yang ditimbang = mol benzotriazol x Mr benzotriazol
= 0,01 mol x 119,12 gr/mol
= 1,1912 gram
= 1,19 gram (pembulatan)

2. Anilin

Mol anilin = 0,01 mol

Mr anilin = 93,13 gr/mol

Anilin yang ditimbang = mol anilin x Mr anilin
= 0,01 mol x 93,13 gr/mol
= 0,9313 gram

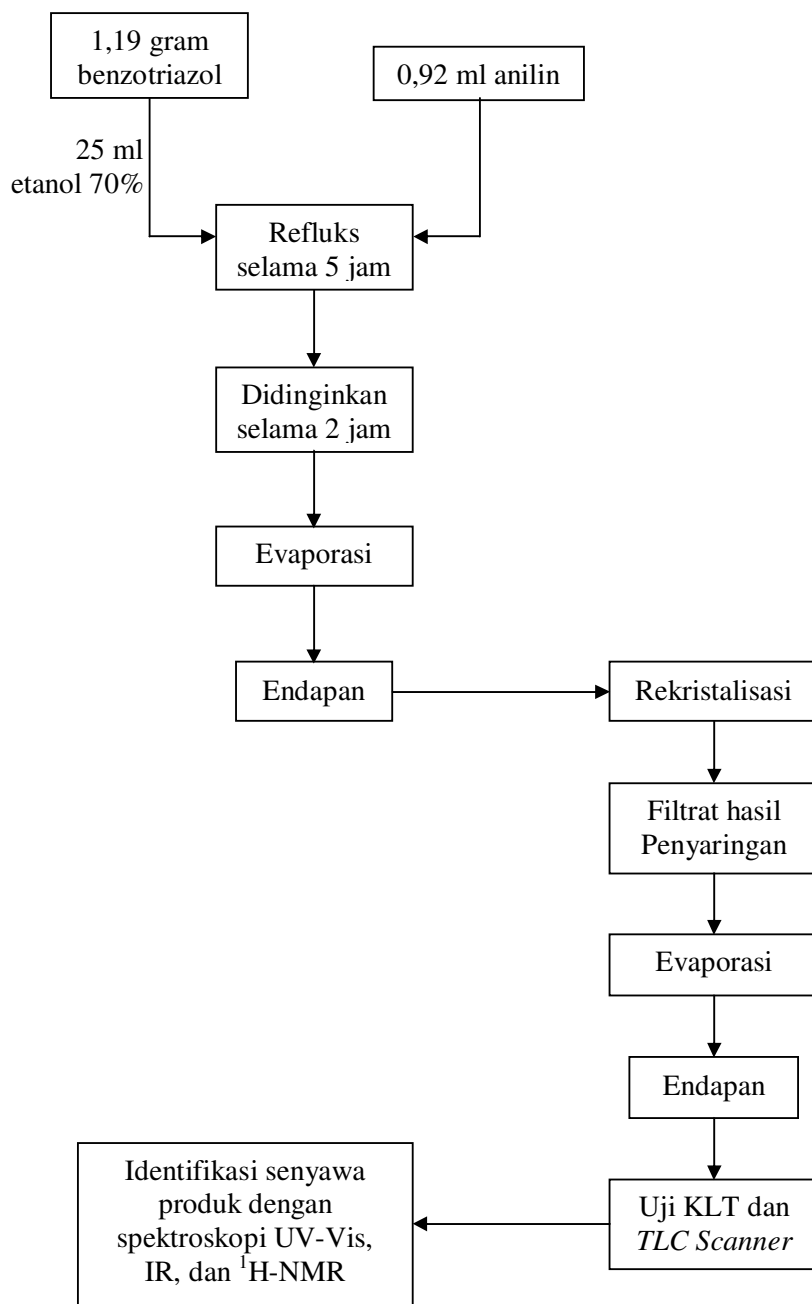
Massa anilin dikonversikan ke volume

Densitas anilin = 1,0217 gr/ml

Volume anilin yang diperlukan = $\frac{\text{Massa anilin}}{\text{Densitas anilin}}$
= $\frac{0,9313 \text{ gram}}{1,0217 \text{ gr/ml}}$
= 0,9115 ml
= 0,91 ml (pembulatan)

Lampiran 2.

Skema Prosedur Kerja Sintesis Senyawa 2-anilinbenzotriazol



Lampiran 3.

Dokumentasi Penelitian



Gambar 26. Rangkaian Alat Refluks untuk Proses Sintesis



Gambar 27. Hasil Refluks Ketiga



Gambar 28. Reaktan yang Digunakan



Gambar 29. Benzotriazol



Gambar 30. Plat KLT Senyawa Sintesis Hasil Refluks Kedua Setelah Dielusi dengan Kloroform-Etil Asetat 7 : 3

winCATS Planar Chromatography Manager

LABORATORIUM FITOKIMIA
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS GADJAH MADA

Analysis Report

Method J:\Documents and Settings\TLC Scanner\My Documents\CAMAG\METODE\Test.cme

Created by FITOKIMIA Thursday, December 06, 2007 9:58:53 AM
Last modified by FITOKIMIA Friday, October 28, 2011 2:13:02 PM
SOP document
Validated Design
Description :

Analysis J:\Documents and Settings\TLC Scanner\My Documents\CAMAG\DATA\20111028 -Ita Tristiana.cna

Created/used by FITOKIMIA Friday, October 28, 2011 2:25:30 PM
Current user FITOKIMIA

Stationary phase

Executed by FITOKIMIA Friday, October 28, 2011 2:15:59 PM
Plate size (X x Y) 20.0 x 20.0 cm
Material HPTLC plates silica gel 60 F 254
Manufacturer E. MERCK KGaA
Batch
GLP code
Pre-washing No
Modification No

Definitions - Screening

Executed by FITOKIMIA Friday, October 28, 2011 2:13:33 PM

Samples

Substance name	Rf	Window size	Manufacturer	Batch number	Expiry date	Product number
AutoGenerated1	0.78	1.325				

Detection - CAMAG TLC Scanner 3

Information

Application position 10.0 mm
Solvent front position 80.0 mm

Instrument

Executed by CAMAG TLC Scanner 3 "Scanner3_140718" S/N 140718 (1.14.28)
FITOKIMIA Friday, October 28, 2011 2:15:59 PM
Number of tracks 3
Position of first track X 9.9 mm
Distance between tracks 10.0 mm
Scan start pos. Y 15.0 mm
Scan end pos. Y 90.0 mm
Slit dimensions 6.00 x 0.20 mm, Micro
Optimize optical system Light
Scanning speed: 40 mm/s
Data resolution: 25 µm/step

winCATS Planar Chromatography Manager

Measurement Table

Wavelength	200
Lamp	D2
Measurement Type	Remission
Measurement Mode	Absorption
Optical filter	Second order
Detector mode	Automatic
PM high voltage	303 V

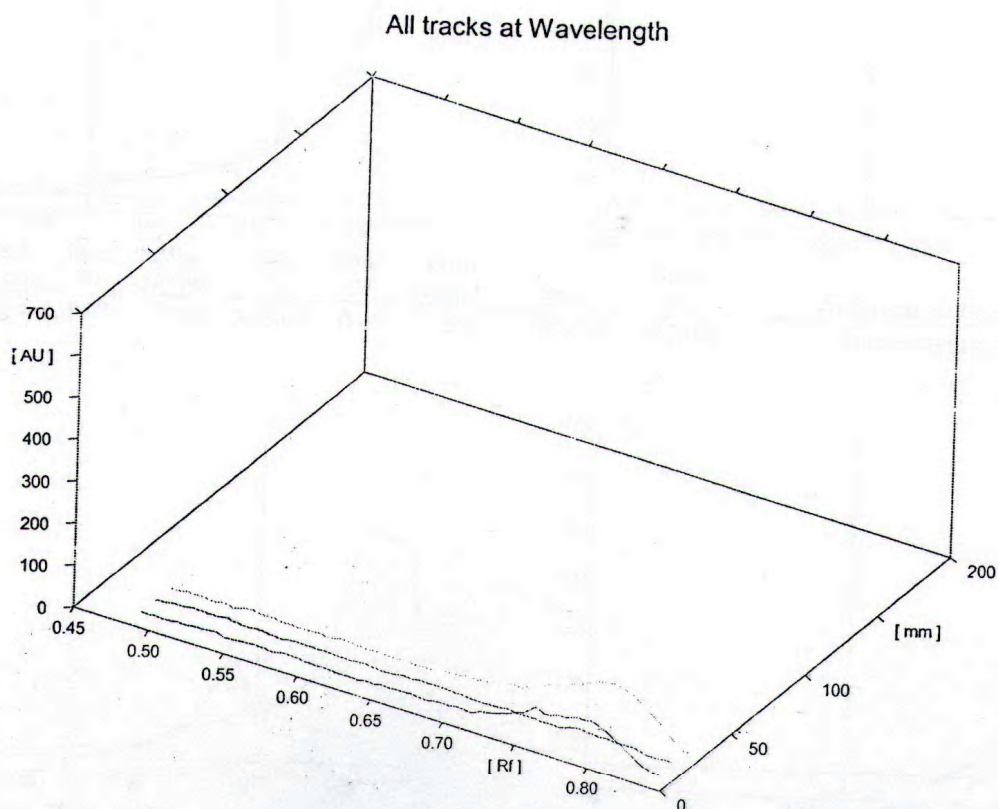
Detector properties

Y-position for 0 adjust	15.0 mm
Track # for 0 adjust	0
Analog Offset	10%
Sensitivity	Automatic (68)

Integration

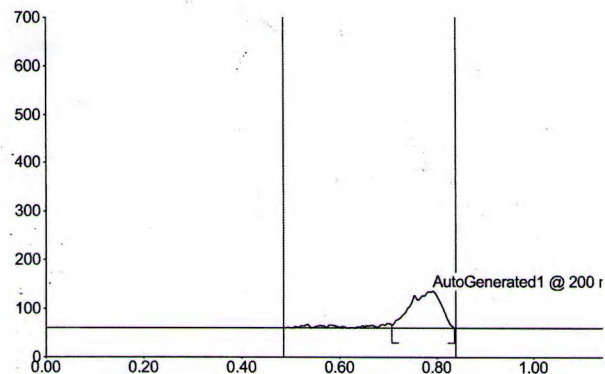
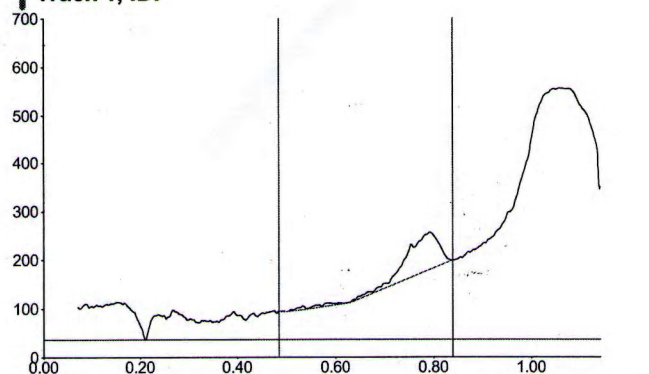
Properties

Data filtering	Savitsky-Golay 5
Baseline correction	Lowest Slope
Peak threshold min. slope	5
Peak threshold min. height	10 AU
Peak threshold min. area	50
Peak threshold max. height	1000 AU
Track start position	44.0 mm
Track end position	68.8 mm
Display scaling	Automatic



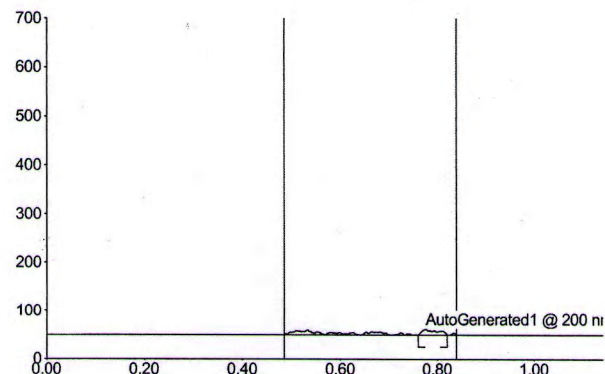
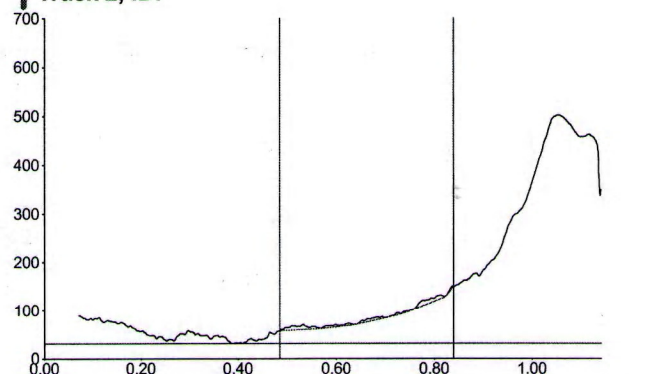
winCATS Planar Chromatography Manager

Track 1, ID:



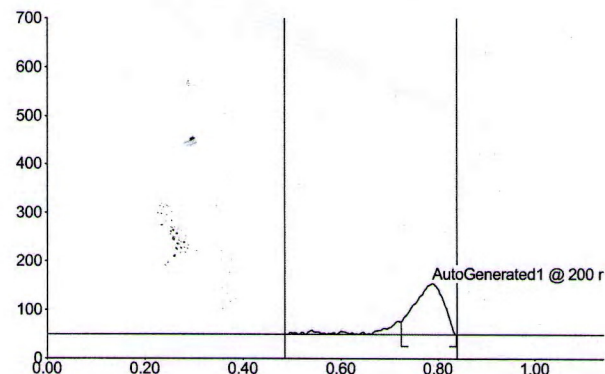
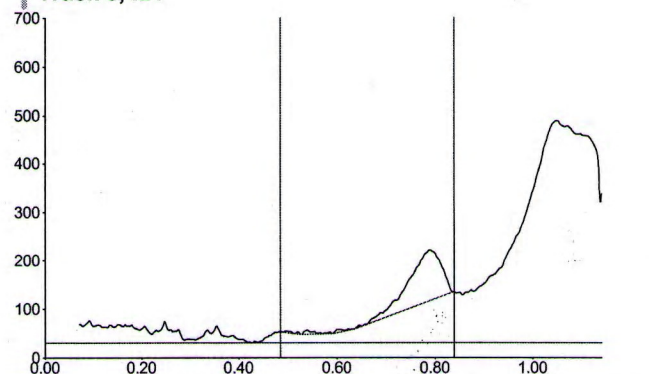
Peak	Start Rf	Start Height	Max Rf	Max Height	Max %	End Rf	End Height	Area	Area %	Assigned substance
Peak deleted by operator										
1m	0.71	7.5	0.79	76.9	100.00	0.84	0.3	15972.4	100.00	AutoGenerated1

Track 2, ID:



Peak	Start Rf	Start Height	Max Rf	Max Height	Max %	End Rf	End Height	Area	Area %	Assigned substance
1m	0.76	0.1	0.78	11.9	100.00	0.82	0.9	1251.8	100.00	AutoGenerated1

Track 3, ID:



Peak	Start Rf	Start Height	Max Rf	Max Height	Max %	End Rf	End Height	Area	Area %	Assigned substance
Peak deleted by operator										
1	0.72	26.1	0.79	105.4	100.00	0.84	0.2	20625.5	100.00	AutoGenerated1

winCATS Planar Chromatography Manager

Spectrum scan

Executed by FITOKIMIA Friday, October 28, 2011 2:18:10 PM
 Mode All detected peaks
 Slit dimensions 6.00 x 0.30 mm, Micro
 Optimize optical system Resolution
 Scanning speed 100 nm/s
 Data resolution 1 nm/step
 Reference spectrum, pos X 9.9 mm
 Reference spectrum, pos Y 15.0 mm

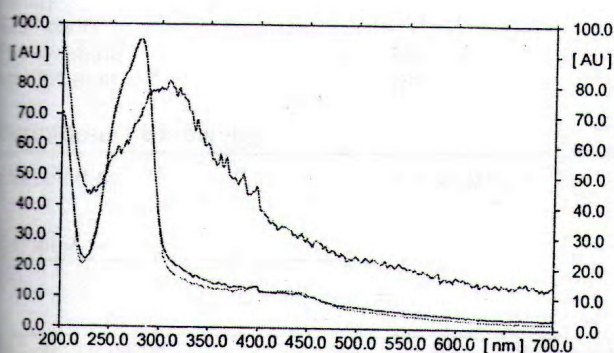
Measurement Table

Lamp D2 & W
 Start wavelength 200 nm
 End wavelength 700 nm
 Measurement type Remission
 Measurement Mode Absorption
 Optical filter Second order
 Detector Mode Automatic

Detector properties

Y-position for 0 adjust 0.0 mm
 Track # for 0 adjust 0
 Analog Offset 10%
 Sensitivity Automatic (26)

AutoGenerated1 on all Tracks



T	Rf	Substance	Max. @
1	0.79	Rf AutoGenerated1	280 nm
2	0.78	Rf AutoGenerated1	200 nm
3	0.79	Rf AutoGenerated1	280 nm

Evaluation results

Evaluation Sequence

Track	Track type	Vial	Sample ID
1	Sample	1	
2	Sample	1	
3	Sample	1	

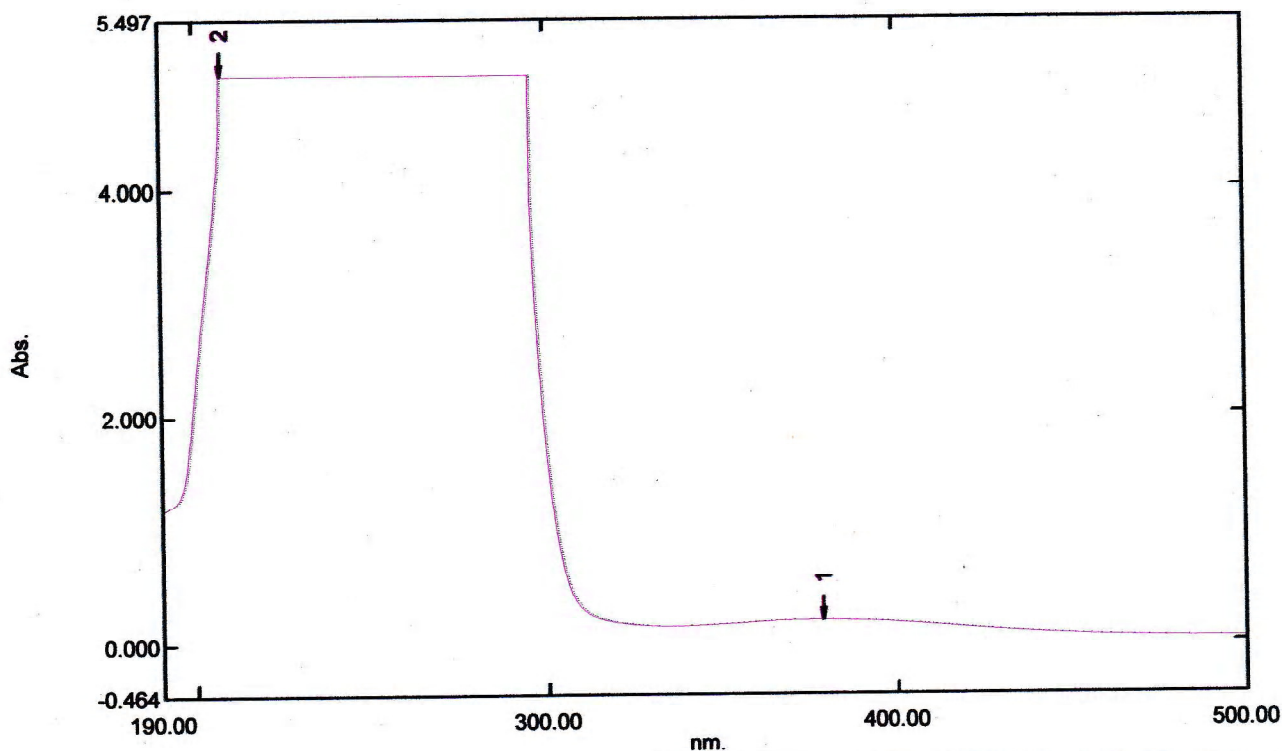
Table of substances

Substance	Position Tracks		
	MD mm	1	2 3
AutoGenerated1	64.9	m	m A

Spectrum Peak Pick Report

10/06/2011 08:01:06 PM

Data Set: 2 anilin benzotriazol - RawData



Measurement Properties

Wavelength Range (nm.): 190.00 to 500.00
Scan Speed: Fast
Sampling Interval: 0.2
Auto Sampling Interval: Enabled
Scan Mode: Single

Instrument Properties

Instrument Type: UV-2400PC Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 5.0 nm
Light Source Change Wavelength: 360.0 nm
S/R Exchange: Normal

Attachment Properties

Attachment: None

Sample Preparation Properties

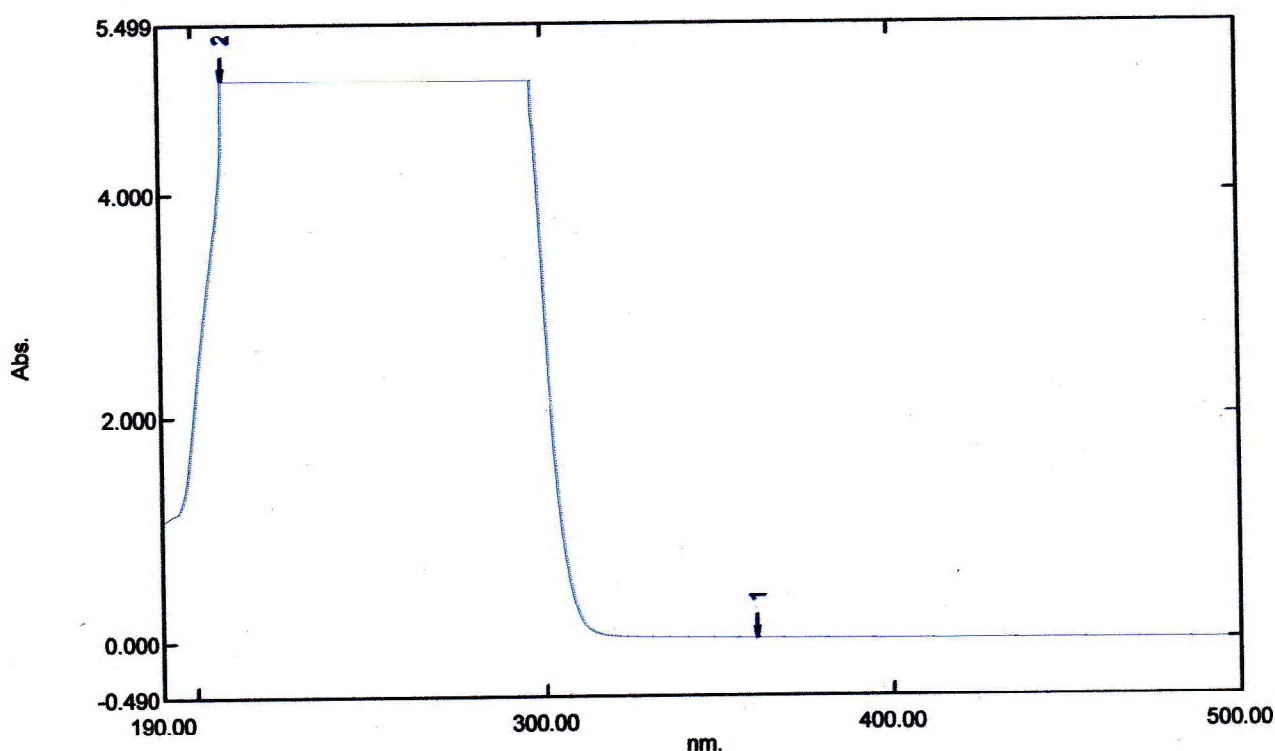
Weight:
Volume:
Dilution:
Path Length:
Additional Information:

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	379.00	0.195	
2	●	207.60	5.000	

Spectrum Peak Pick Report

10/06/2011 07:58:30 PM

Data Set: Benzotriazol - RawData



Measurement Properties

Wavelength Range (nm.): 190.00 to 500.00
Scan Speed: Fast
Sampling Interval: 0.2
Auto Sampling Interval: Enabled
Scan Mode: Single

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	360.80	0.030	
2	●	208.20	5.000	

Instrument Properties

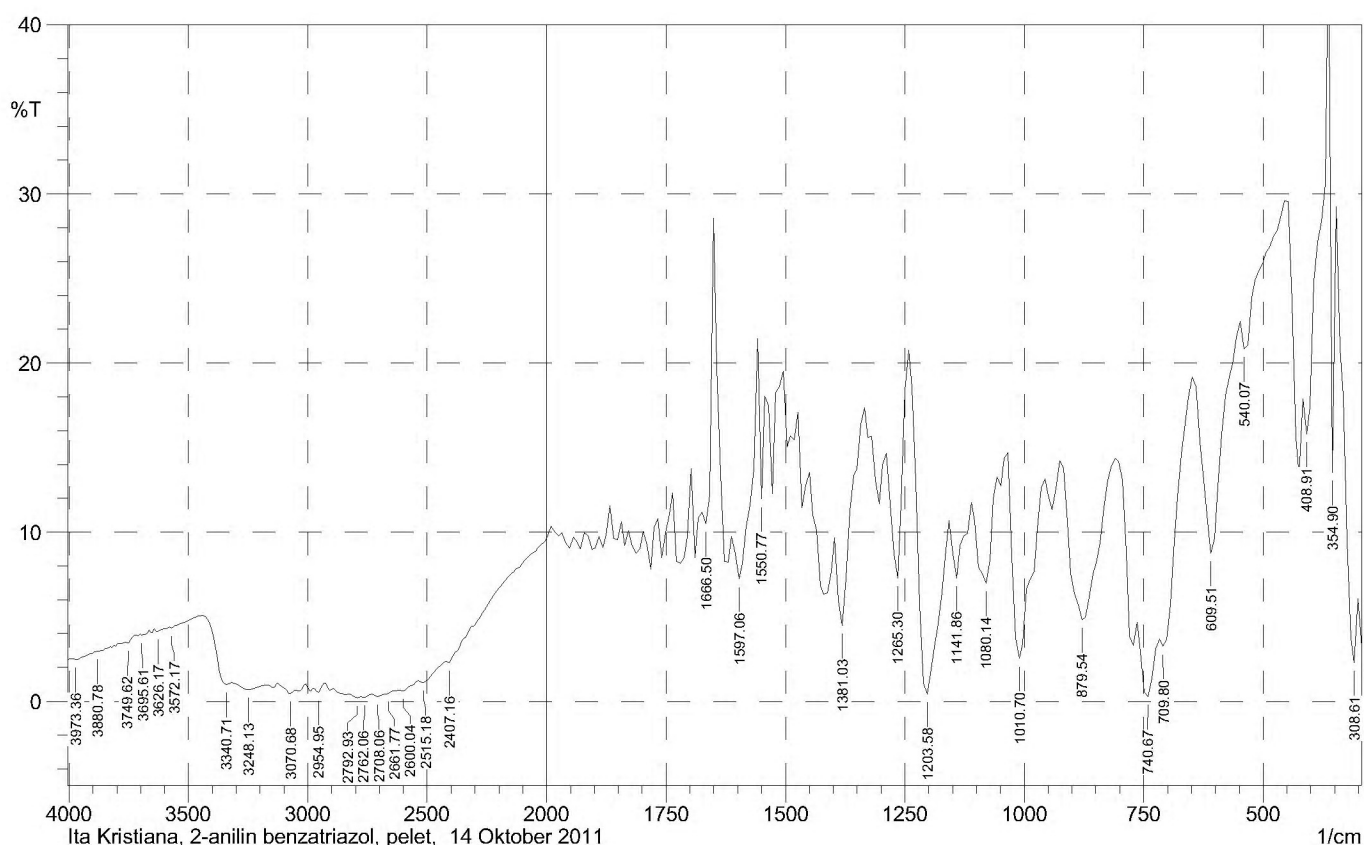
Instrument Type: UV-2400PC Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 5.0 nm
Light Source Change Wavelength: 360.0 nm
S/R Exchange: Normal

Attachment Properties

Attachment: None

Sample Preparation Properties

Weight:
Volume:
Dilution:
Path Length:
Additional Information:



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	2.291	6.765	339.47	300.9	46.679	8.405
2	354.9	13.551	23.84	362.62	347.19	10.817	3.319
3	408.91	15.792	4.203	416.62	370.33	29.267	1.403
4	540.07	20.861	2.224	547.78	455.2	54.772	0.861
5	609.51	8.76	10.916	640.37	555.5	71.402	12.366
6	709.8	3.248	2.153	717.52	648.08	71.147	2.653
7	740.67	0.294	2.723	756.1	725.23	63.003	16.192
8	879.54	4.823	9.181	918.12	810.1	116.716	24.829
9	1010.7	2.54	11.462	1033.85	964.41	83.932	23.536
10	1080.14	7.001	4.437	1103.28	1064.71	41.489	5.136
11	1141.86	7.291	3.754	1157.29	1111	47.638	3.796
12	1203.58	0.432	14.421	1242.16	1165	108.464	40.262
13	1265.3	7.283	9.621	1288.45	1249.87	37.009	7.127
14	1381.03	4.473	7.114	1396.46	1342.46	55.419	7.687
15	1550.77	11.968	8.996	1558.48	1512.19	37.049	4.425
16	1597.06	7.226	2.478	1604.77	1566.2	38.677	2.348
17	1666.5	10.509	6.476	1674.21	1651.07	18.792	3.059
18	2407.16	2.287	0.372	2422.59	1990.54	532.24	0.912
19	2515.18	1.089	0.259	2530.61	2430.31	180.286	2.78
20	2600.04	0.609	0.143	2615.47	2538.32	159.628	2.011
21	2661.77	0.417	0.038	2669.48	2623.19	103.671	0
22	2708.06	0.288	0.116	2723.49	2684.91	95.349	3.044
23	2762.06	0.251	0.063	2777.5	2731.2	115.649	1.595
24	2792.93	0.208	0.112	2823.79	2777.5	120.19	4.913
25	2954.95	0.535	0.344	2970.38	2931.8	82.17	3.785
26	3070.68	0.446	0.293	3124.68	3055.24	151.944	6.649
27	3248.13	0.695	0.337	3309.85	3170.97	288.326	11.858
28	3340.71	1.008	0.88	3433.29	3317.56	194.902	7.29
29	3572.17	4.334	0.108	3579.88	3441.01	183.945	0.332
30	3626.17	4.15	0.142	3641.6	3603.03	53.028	0.303
31	3695.61	3.919	0.1	3703.33	3664.75	53.892	0.465
32	3749.62	3.459	0.204	3765.05	3726.47	55.463	0.393
33	3880.78	2.948	0.04	3888.49	3795.91	139.161	0.766

34	3973.36	2.473	0.06	3981.08	3896.21	133.597	0.809
----	---------	-------	------	---------	---------	---------	-------

Comment;

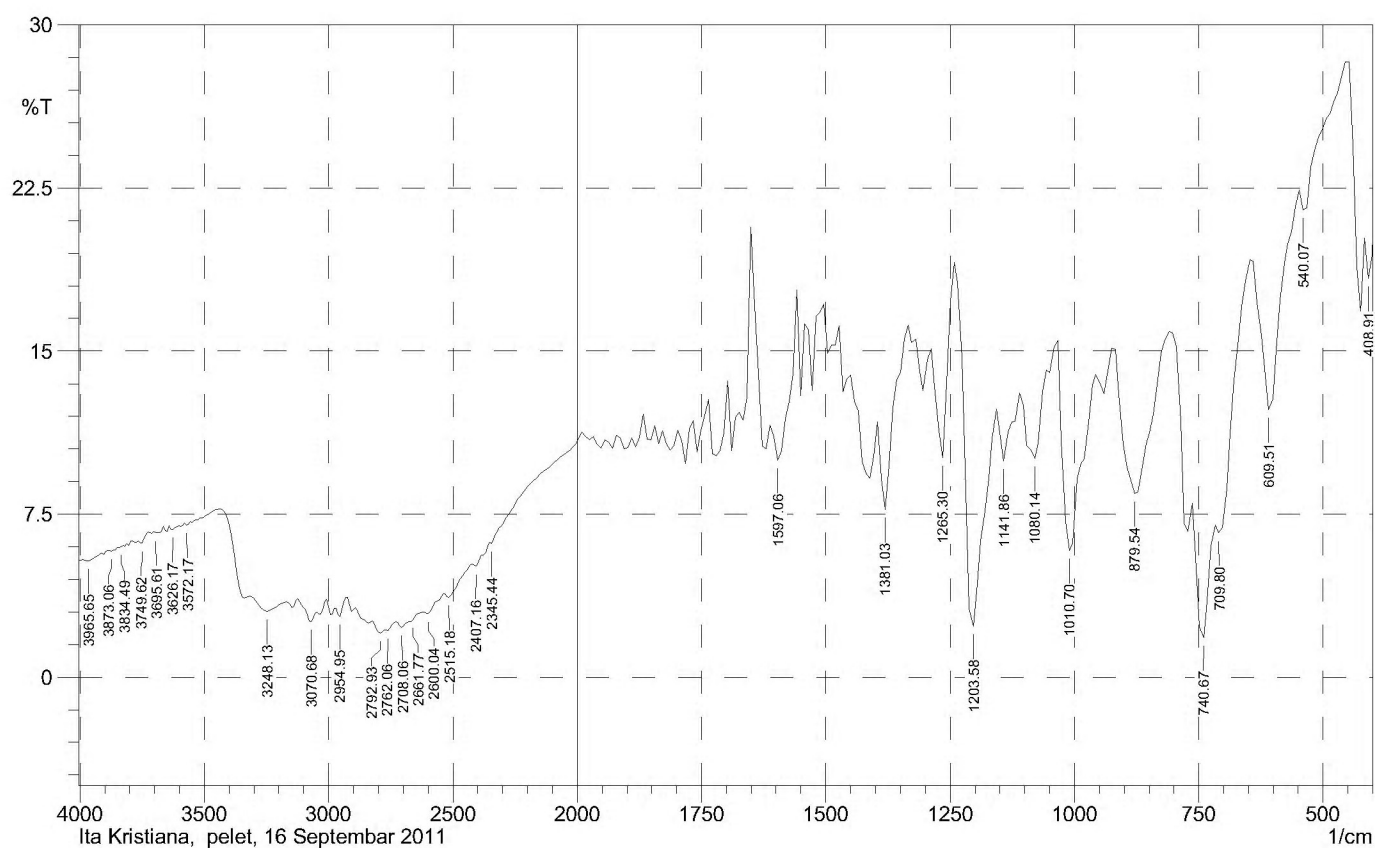
Ita Kristiana, 2-anilin benzatriazol, pelet, 14 Oktober 2011

Date/Time; 10/14/2011 8:19:48 AM

Apodization; Happ-Genzel

Resolution; 16 [1/cm]

User; Wundows XP



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	316.33	2.888	3.741	331.76	308.61	32.592	4.284
2	408.91	18.359	3.895	416.62	378.05	24.107	1.443
3	540.07	21.493	1.408	547.78	455.2	55.664	0.625
4	609.51	12.307	7.728	640.37	555.5	66.162	7.669
5	709.8	6.637	1.705	717.52	648.08	63.647	1.751
6	740.67	1.813	5.682	763.81	717.52	65.319	12.957
7	879.54	8.444	6.923	918.12	810.1	101.909	14.48
8	1010.7	5.825	8.984	1033.85	964.41	72.527	13.916
9	1080.14	10.074	3.445	1103.28	1041.56	56.493	3.706
10	1141.86	9.947	2.626	1157.29	1111	43.596	2.198
11	1203.58	2.345	12.606	1234.44	1165	82.681	22.787
12	1265.3	10.098	6.984	1288.45	1242.16	40.02	4.748
13	1381.03	7.706	5.124	1396.46	1342.46	50.887	4.424
14	1597.06	9.97	1.67	1604.77	1566.2	35.957	1.4
15	2345.44	6.149	0.181	2353.16	1990.54	382.956	0.451
16	2407.16	5.105	0.32	2422.59	2353.16	87.086	0.93
17	2515.18	3.683	0.326	2530.61	2430.31	136.635	1.293
18	2600.04	2.928	0.23	2615.47	2538.32	113.979	0.963
19	2661.77	2.558	0.072	2669.48	2623.19	71.415	0
20	2708.06	2.289	0.254	2723.49	2684.91	62.504	0.98
21	2762.06	2.154	0.155	2777.5	2731.2	75.559	0.565
22	2792.93	2.039	0.275	2823.79	2777.5	77.043	1.546
23	2954.95	2.786	0.594	2970.38	2931.8	57.844	1.547
24	3070.68	2.566	0.508	3124.68	3055.24	106.245	2.54
25	3248.13	3.025	0.568	3317.56	3178.69	206.044	5.252
26	3572.17	6.992	0.121	3579.88	3441.01	157.285	0.421
27	3626.17	6.798	0.174	3641.6	3603.03	44.845	0.232
28	3695.61	6.632	0.126	3703.33	3664.75	45.257	0.336
29	3749.62	6.166	0.253	3765.05	3726.47	46.08	0.281
30	3834.49	5.977	0.047	3842.2	3795.91	56.284	0.193
31	3873.06	5.808	0.074	3888.49	3849.92	47.516	0.133
32	3965.65	5.353	0.13	3988.79	3919.35	87.688	0.443

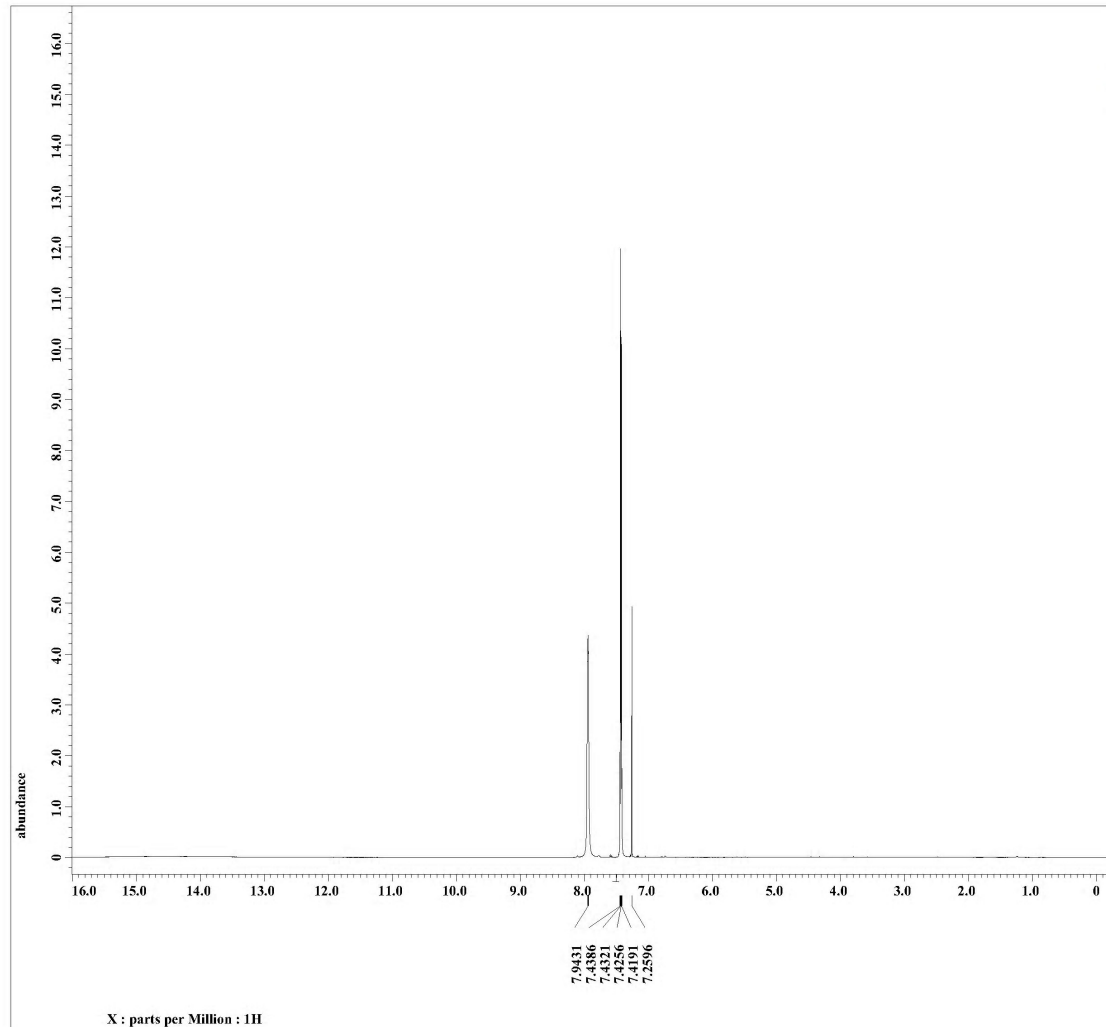
Comment;
Ita Kristiana, pelet, 16 Septembar 2011


No. of Scans; 10

Resolution; 16 [1/cm]

Apodization; Happ-Genzel

User; Wundows XP



	
---- PROCESSING PARAMETERS ----	
dc balance :	0 : FALSE
sexp :	0.2 [Hz] : 0.0 [s]
trapezoid3 :	0 [%] : 80 [%] : 100 [%]
zerofill :	1
fft :	1 : TRUE : TRUE
machinephase	
ppm	
reference :	7.254 [ppm] : 7.26 [ppm]
phase :	0 : 0 : 50 [%]
Derived from: SAMPEL B-single_pulse-1.jd	
Filename	= SAMPEL B-single_pulse
Author	= delta
Experiment	= single_pulse.ex2
Sample id	= SAMPEL B
Solvent	= CHLOROFORM-D
Creation time	= 20-OCT-2011 13:21:45
Revision time	= 25-OCT-2011 09:02:27
Current time	= 25-OCT-2011 09:02:51
Content	= single_pulse
Data format	= 1D COMPLEX
Dim size	= 13107
Dim title	= 1H
Dim units	= [ppm]
Dimensions	= X
Site	= ECA 500
Spectrometer	= DELTA2 NMR
Field strength	= 11.7473579 [T] (500 [MH
X acq duration	= 1.54140672 [s]
X domain	= 1H
X freq	= 500.15991521 [MHz]
X offset	= 7.5 [ppm]
X points	= 16384
X prescans	= 1
X resolution	= 0.64875804 [Hz]
X sweep	= 10.6292517 [kHz]
Irr domain	= 1H
Irr freq	= 500.15991521 [MHz]
Irr offset	= 5.0 [ppm]
Tri domain	= 1H
Tri freq	= 500.15991521 [MHz]
Tri offset	= 5.0 [ppm]
Clipped	= FALSE
Mod return	= 1
Scans	= 80
Total scans	= 80
X 90 width	= 12.75 [us]
X acq time	= 1.54140672 [s]
X angle	= 45 [deg]
X attn	= 3.9 [dB]
X pulse	= 6.375 [us]
Irr mode	= Off
Tri mode	= Off
Dante presat	= FALSE
Initial wait	= 1 [s]
Recvr gain	= 44
Relaxation delay	= 5 [s]
Repetition time	= 6.54140672 [s]
Temp get	= 20.3 [dC]

```

---- PROCESSING PARAMETERS ----
dc balance : 0 : FALSE
sexp : 0.2 [Hz] : 0.0 [s]
trapezoid3 : 0 [%] : 80 [%] : 100 [%]
zerofill : 1
fft : 1 : TRUE : TRUE
machinephase
ppm
reference : 7.254 [ppm] : 7.26 [ppm]
phase : 0 : 0 : 50 [%]

Derived from: SAMPEL B-single_pulse-1.jd

```

```

Filename      = SAMPEL B-single_pulse
Author       = delta
Experiment    = single_pulse.ex2
Sample id     = SAMPEL B
Solvent       = CHLOROFORM-D
Creation time  = 20-OCT-2011 13:21:45
Revision time  = 25-OCT-2011 09:03:00
Current time   = 25-OCT-2011 09:03:05

```

```

Content       = single_pulse
Data format    = 1D COMPLEX
Dim size       = 13107
Dim title      = 1H
Dim units      = [ppm]
Dimensions     = X
Site           = ECA 500
Spectrometer   = DELTA2 NMR

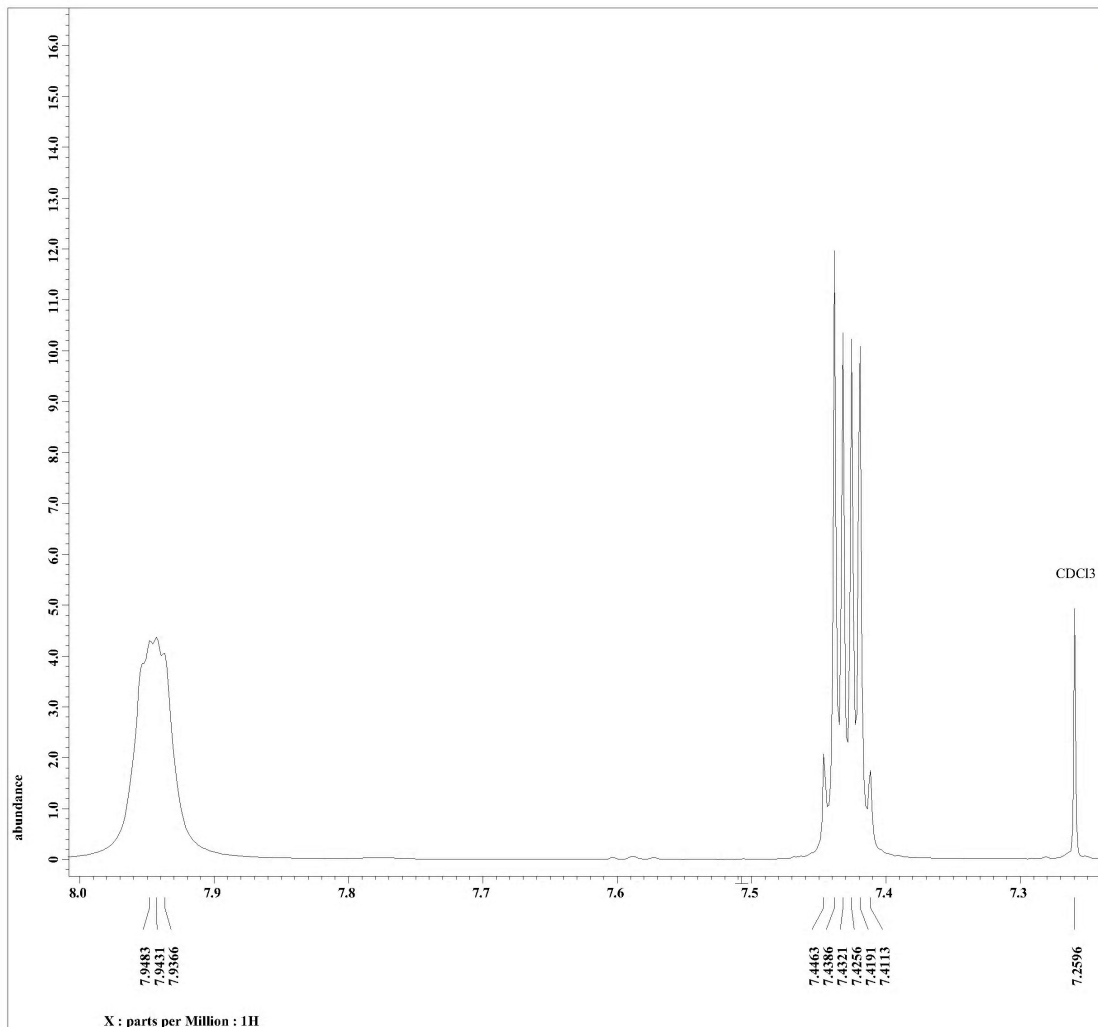
```

```

Field strength = 11.7473579 [T] (500 [MH]
X acq duration  = 1.54140672 [s]
X domain       = 1H
X freq         = 500.15991521 [MHz]
X offset       = 7.5 [ppm]
X points       = 16384
X prescans     = 1
X resolution   = 0.64875804 [Hz]
X sweep        = 10.6292517 [kHz]
Irr domain     = 1H
Irr freq       = 500.15991521 [MHz]
Irr offset     = 5.0 [ppm]
Tri domain     = 1H
Tri freq       = 500.15991521 [MHz]
Tri offset     = 5.0 [ppm]
Clipped        = FALSE
Mod return     = 1
Scans          = 80
Total scans    = 80

X 90 width     = 12.75 [us]
X acq time     = 1.54140672 [s]
X angle        = 45 [deg]
X attn         = 3.9 [dB]
X pulse        = 6.375 [us]
Irr mode       = Off
Tri mode       = Off
Dante preset   = FALSE
Initial wait   = 1 [s]
Recvr gain     = 44
Relaxation delay = 5 [s]
Repetition time = 6.54140672 [s]
Temp_get       = 20.3 [dC]

```



```

---- PROCESSING PARAMETERS ----
dc balance : 0 : FALSE
sexp : 0.2 [Hz] : 0.0 [s]
trapezoid3 : 0 [%] : 80 [%] : 100 [%]
zerofill : 1
fft : 1 : TRUE : TRUE
machinephase
ppm
reference : 7.254 [ppm] : 7.26 [ppm]
phase : 0 : 0 : 50 [%]

Derived from: SAMPEL B-single_pulse-1.jd

```

```

Filename      = SAMPEL B-single_pulse
Author        = delta
Experiment    = single_pulse.ex2
Sample id     = SAMPEL B
Solvent       = CHLOROFORM-D
Creation time  = 20-OCT-2011 13:21:45
Revision time  = 25-OCT-2011 09:03:24
Current time   = 25-OCT-2011 09:03:30

```

```

Content       = single_pulse
Data format   = 1D COMPLEX
Dim size      = 13107
Dim title     = 1H
Dim units     = [ppm]
Dimensions    = X
Site          = ECA 500
Spectrometer  = DELTA2 NMR

```

```

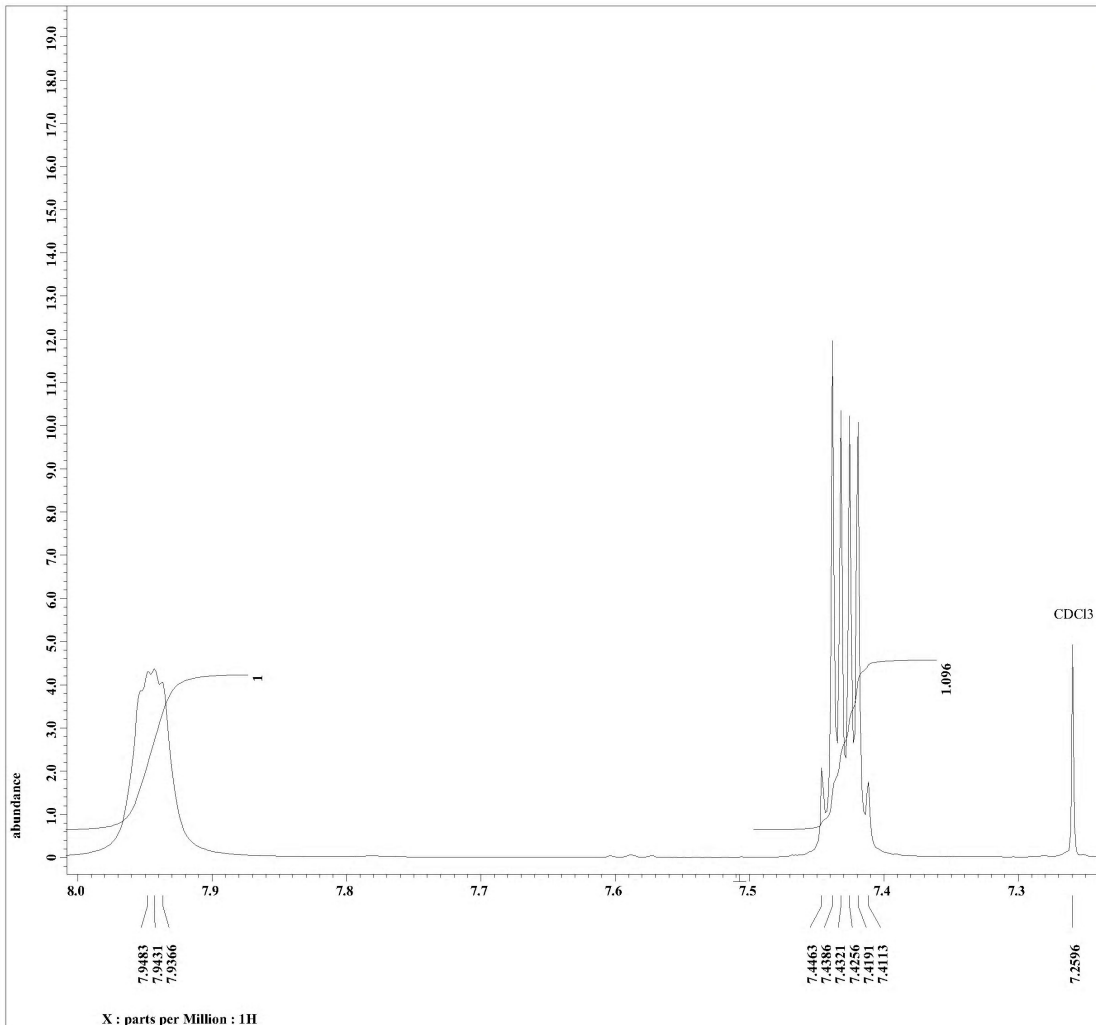
Field strength = 11.7473579 [T] (500 [MHz])
X acq duration = 1.54140672 [s]
X domain      = 1H
X freq        = 500.15991521 [MHz]
X offset      = 7.5 [ppm]
X points      = 16384
X prescans    = 1
X resolution   = 0.64875804 [Hz]
X sweep       = 10.6292517 [kHz]
Irr domain    = 1H
Irr freq      = 500.15991521 [MHz]
Irr offset    = 5.0 [ppm]
Tri domain    = 1H
Tri freq      = 500.15991521 [MHz]
Tri offset    = 5.0 [ppm]
Clipped       = FALSE
Mod return    = 1
Scans         = 80
Total scans   = 80

```

```

X 90 width    = 12.75 [us]
X acq time    = 1.54140672 [s]
X angle       = 45 [deg]
X attn        = 3.9 [dB]
X pulse       = 6.375 [us]
Irr mode      = Off
Tri mode      = Off
Dante preset  = FALSE
Initial wait  = 1 [s]
Recvr gain    = 44
Relaxation delay = 5 [s]
Repetition time = 6.54140672 [s]
Temp_get      = 20.3 [dC]

```




```

---- PROCESSING PARAMETERS ----
dc balance : 0 : FALSE
sexp : 0.2 [Hz] : 0.0 [s]
trapezoid3 : 0 [%] : 80 [%] : 100 [%]
zerofill : 1
fft : 1 : TRUE : TRUE
machinephase
ppm
reference : 7.254 [ppm] : 7.26 [ppm]
phase : 0 : 0 : 50 [%]

Derived from: SAMPEL B-single_pulse-1.jd

```

```

Filename      = SAMPEL B-single_pulse
Author       = delta
Experiment   = single_pulse.ex2
Sample id    = SAMPEL B
Solvent      = CHLOROFORM-D
Creation time = 20-OCT-2011 13:21:45
Revision time = 25-OCT-2011 09:03:24
Current time  = 25-OCT-2011 09:03:30

```

```

Content      = single_pulse
Data format  = 1D COMPLEX
Dim size     = 13107
Dim title    = 1H
Dim units    = [ppm]
Dimensions   = X
Site         = ECA 500
Spectrometer = DELTA2 NMR

```

```

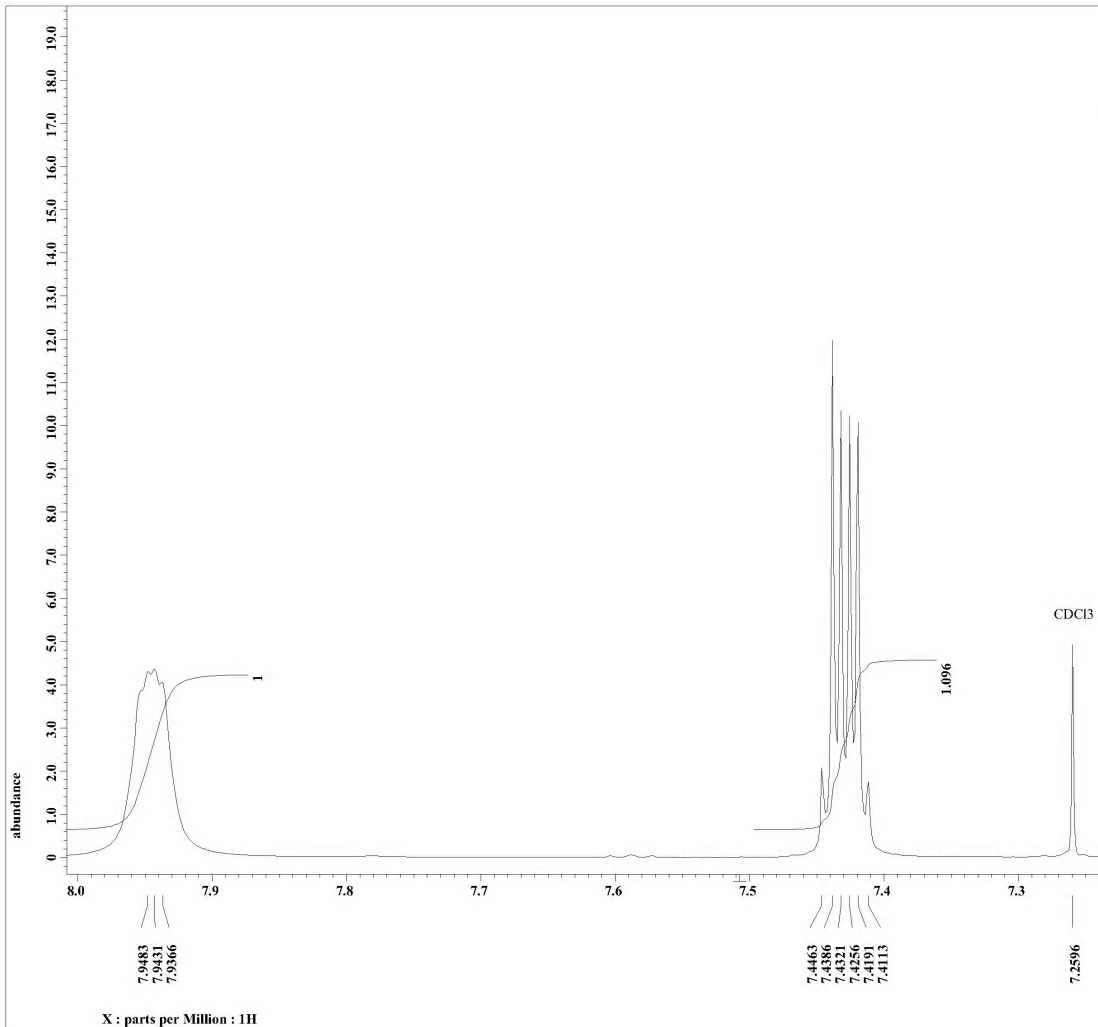
Field strength = 11.7473579 [T] (500 [MHz])
X acq duration = 1.54140672 [s]
X domain      = 1H
X freq        = 500.15991521 [MHz]
X offset      = 7.5 [ppm]
X points      = 16384
X prescans    = 1
X resolution   = 0.64875804 [Hz]
X sweep       = 10.6292517 [kHz]
Irr domain    = 1H
Irr freq      = 500.15991521 [MHz]
Irr offset    = 5.0 [ppm]
Tri domain    = 1H
Tri freq      = 500.15991521 [MHz]
Tri offset    = 5.0 [ppm]
Clipped       = FALSE
Mod return    = 1
Scans         = 80
Total scans   = 80

```

```

X 90 width    = 12.75 [us]
X acq time    = 1.54140672 [s]
X angle       = 45 [deg]
X attn        = 3.9 [dB]
X pulse       = 6.375 [us]
Irr mode      = Off
Tri mode      = Off
Dante preset  = FALSE
Initial wait  = 1 [s]
Recvr gain    = 44
Relaxation delay = 5 [s]
Repetition time = 6.54140672 [s]
Temp_get      = 20.3 [dC]

```



```

---- PROCESSING PARAMETERS ----
dc balance : 0 : FALSE
sexp : 0.2 [Hz] : 0.0 [s]
trapezoid3 : 0 [%] : 80 [%] : 100 [%]
zerofill : 1
fft : 1 : TRUE : TRUE
machinephase
ppm
reference : 7.254 [ppm] : 7.26 [ppm]
phase : 0 : 0 : 50 [%]

Derived from: SAMPEL B-single_pulse-1.jd

```

```

Filename      = SAMPEL B-single_pulse
Author       = delta
Experiment    = single_pulse.ex2
Sample id     = SAMPEL B
Solvent       = CHLOROFORM-D
Creation time  = 20-OCT-2011 13:21:45
Revision time  = 25-OCT-2011 09:03:24
Current time   = 25-OCT-2011 09:03:30

```

```

Content       = single_pulse
Data format    = 1D COMPLEX
Dim size      = 13107
Dim title     = 1H
Dim units     = [ppm]
Dimensions    = X
Site          = ECA 500
Spectrometer   = DELTA2 NMR

```

```

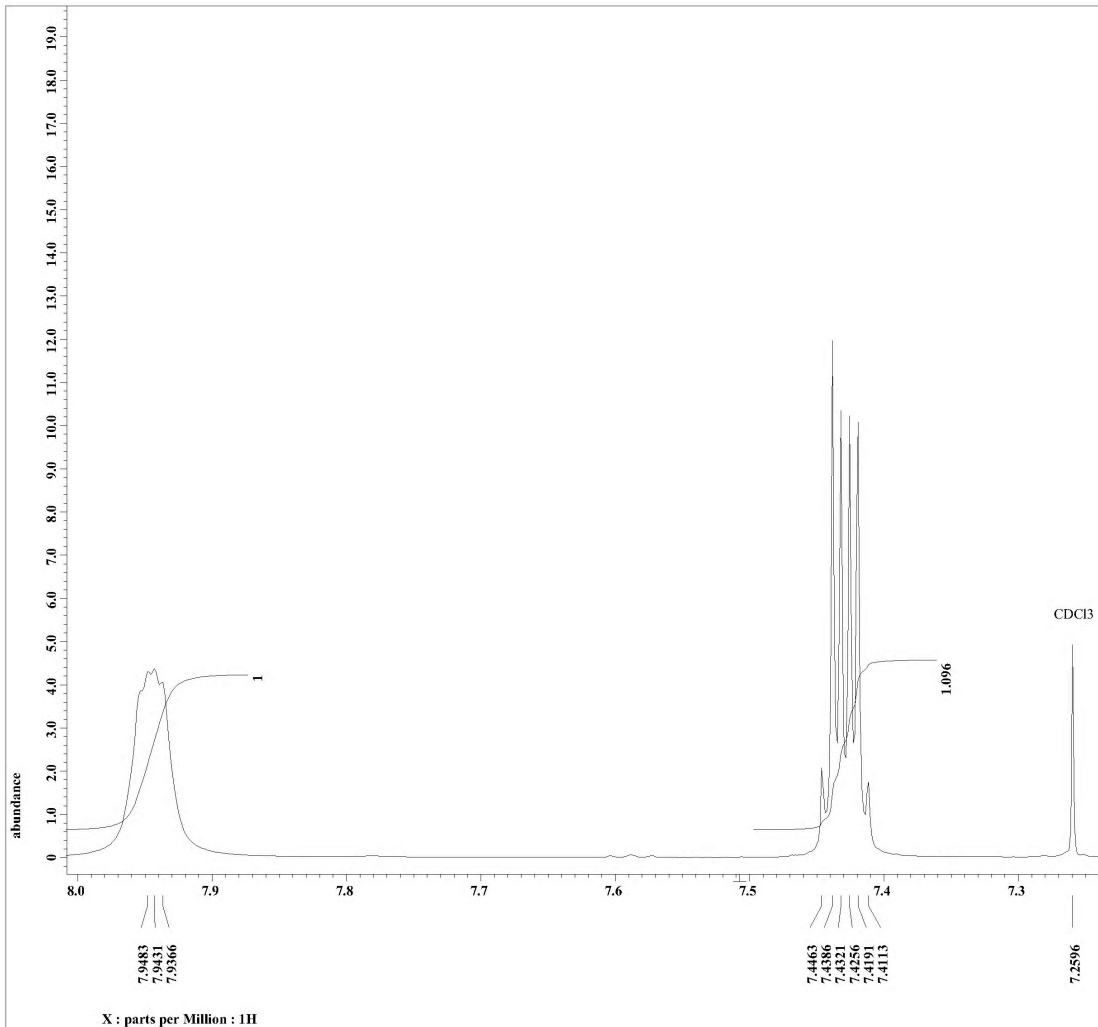
Field strength = 11.7473579 [T] (500 [MHz])
X acq duration = 1.54140672 [s]
X domain      = 1H
X freq        = 500.15991521 [MHz]
X offset      = 7.5 [ppm]
X points      = 16384
X prescans    = 1
X resolution   = 0.64875804 [Hz]
X sweep       = 10.6292517 [kHz]
Irr domain    = 1H
Irr freq      = 500.15991521 [MHz]
Irr offset    = 5.0 [ppm]
Tri domain    = 1H
Tri freq      = 500.15991521 [MHz]
Tri offset    = 5.0 [ppm]
Clipped       = FALSE
Mod return    = 1
Scans         = 80
Total scans   = 80

```

```

X 90 width    = 12.75 [us]
X acq time    = 1.54140672 [s]
X angle       = 45 [deg]
X attn        = 3.9 [dB]
X pulse       = 6.375 [us]
Irr mode      = Off
Tri mode      = Off
Dante preset  = FALSE
Initial wait  = 1 [s]
Recvr gain    = 44
Relaxation delay = 5 [s]
Repetition time = 6.54140672 [s]
Temp_get      = 20.3 [dC]

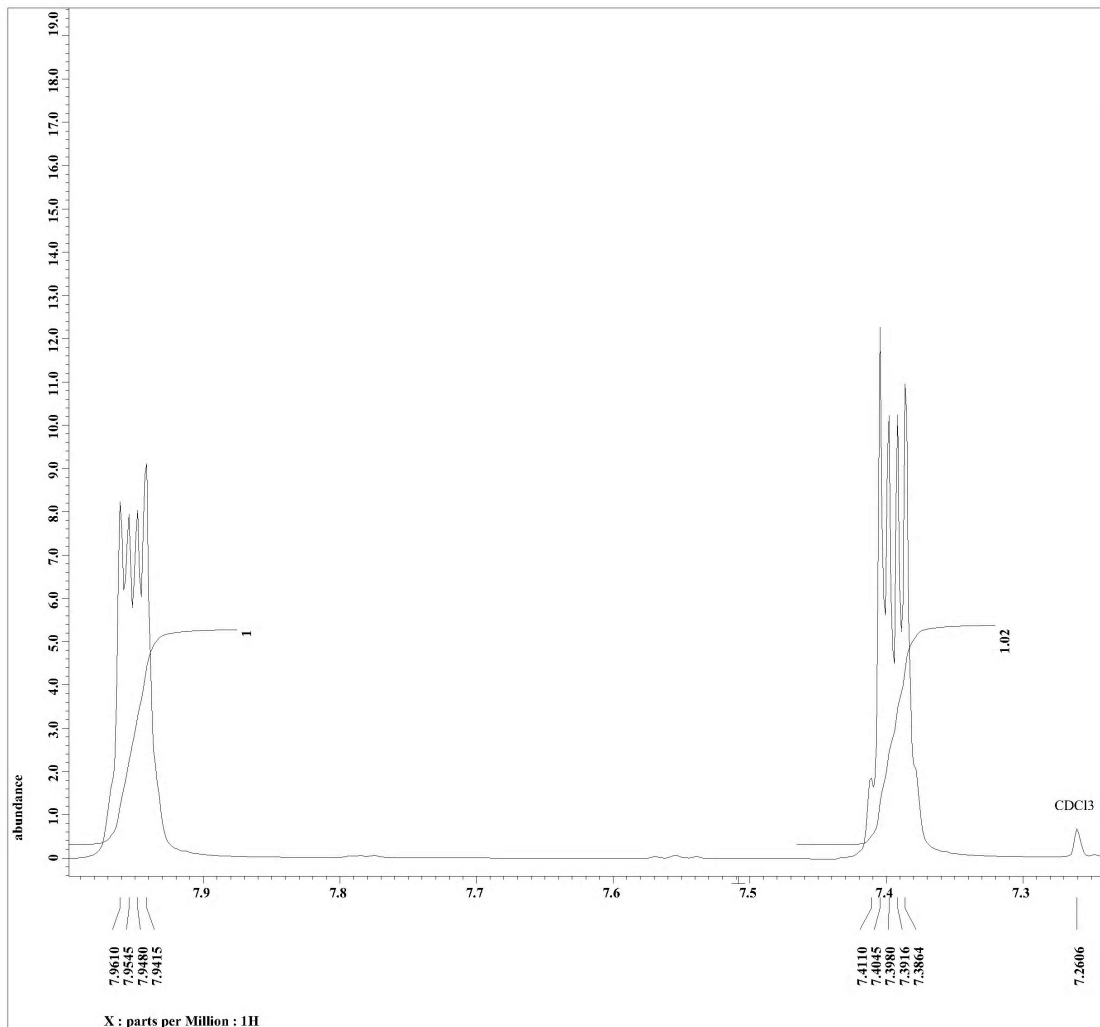
```





---- PROCESSING PARAMETERS ----
dc balance : 0 : FALSE
sexp : 0.2 [Hz] : 0.0 [s]
trapezoid3 : 0 [%] : 80 [%] : 100 [%]
zerofill : 1
fft : 1 : TRUE : TRUE
machinephase
ppm
reference : 7.253 [ppm] : 7.26 [ppm]
phase : 0 : 0 : 50 [%]

Derived from: SAMPEL A-single_pulse-1.jd



Filename = SAMPEL A-single_pulse
Author = delta
Experiment = single_pulse.ex2
Sample id = SAMPEL A
Solvent = CHLOROFORM-D
Creation time = 20-OCT-2011 13:06:01
Revision time = 25-OCT-2011 09:01:50
Current time = 25-OCT-2011 09:02:02

Content = single_pulse
Data format = 1D COMPLEX
Dim size = 13107
Dim title = 1H
Dim units = [ppm]
Dimensions = X
Site = ECA 500
Spectrometer = DELTA2 NMR

Field strength = 11.7473579 [T] (500 [MH
X acq duration = 1.54140672 [s]
X domain = 1H
X freq = 500.15991521 [MHz]
X offset = 7.5 [ppm]
X points = 16384
X prescans = 1
X resolution = 0.64875804 [Hz]
X sweep = 10.6292517 [kHz]
Irr domain = 1H
Irr freq = 500.15991521 [MHz]
Irr offset = 5.0 [ppm]
Tri domain = 1H
Tri freq = 500.15991521 [MHz]
Tri offset = 5.0 [ppm]
Clipped = FALSE
Mod return = 1
Scans = 80
Total scans = 80

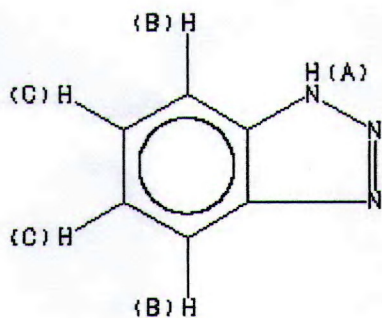
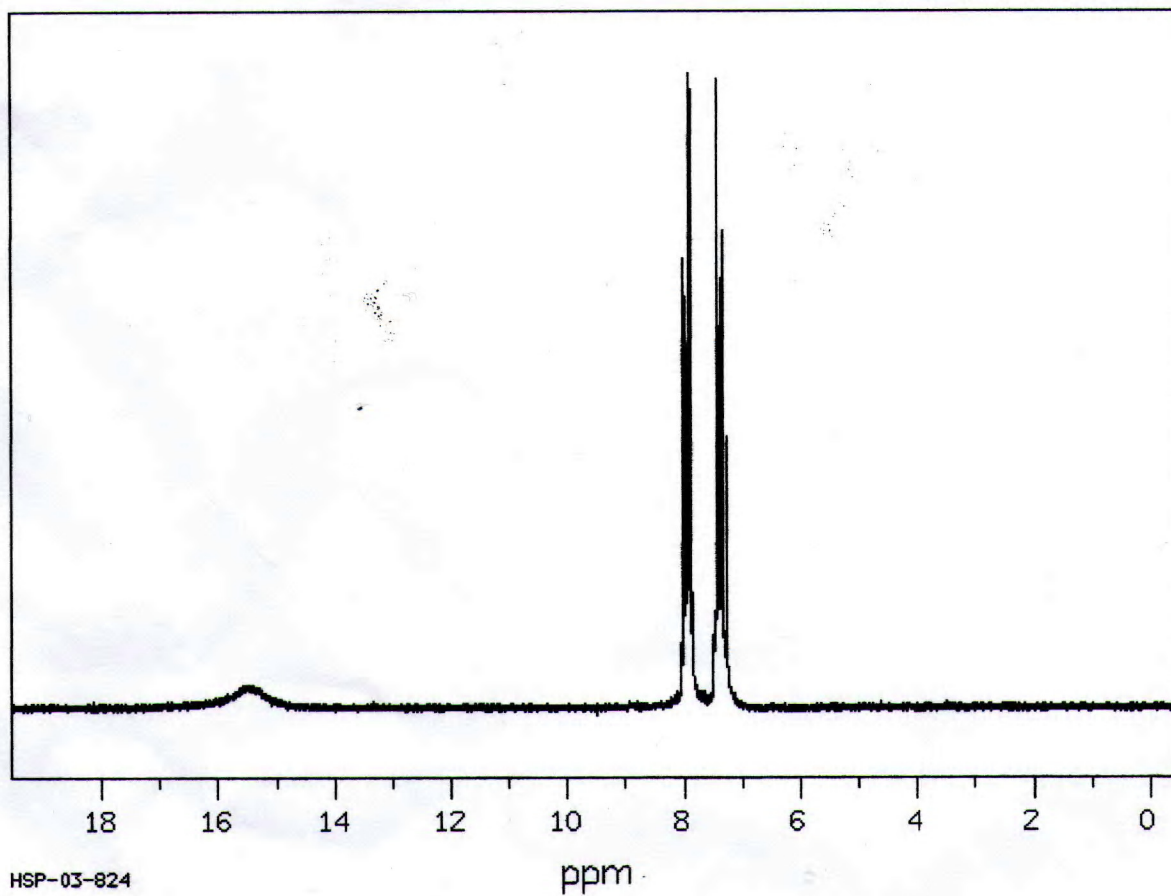
X 90 width = 12.75 [us]
X acq time = 1.54140672 [s]
X angle = 45 [deg]
X attn = 3.9 [dB]
X pulse = 6.375 [us]
Irr mode = Off
Tri mode = Off
Dante presat = FALSE
Initial wait = 1 [s]
Recvr gain = 36
Relaxation delay = 5 [s]
Repetition time = 6.54140672 [s]
Temp get = 20.1 [dC]

SDBS-¹H NMR SDBS No. 1529HSP-03-824

89.56 MHz

C₆H₅N₃0.057 g : 0.5 ml CDCl₃

benzotriazole



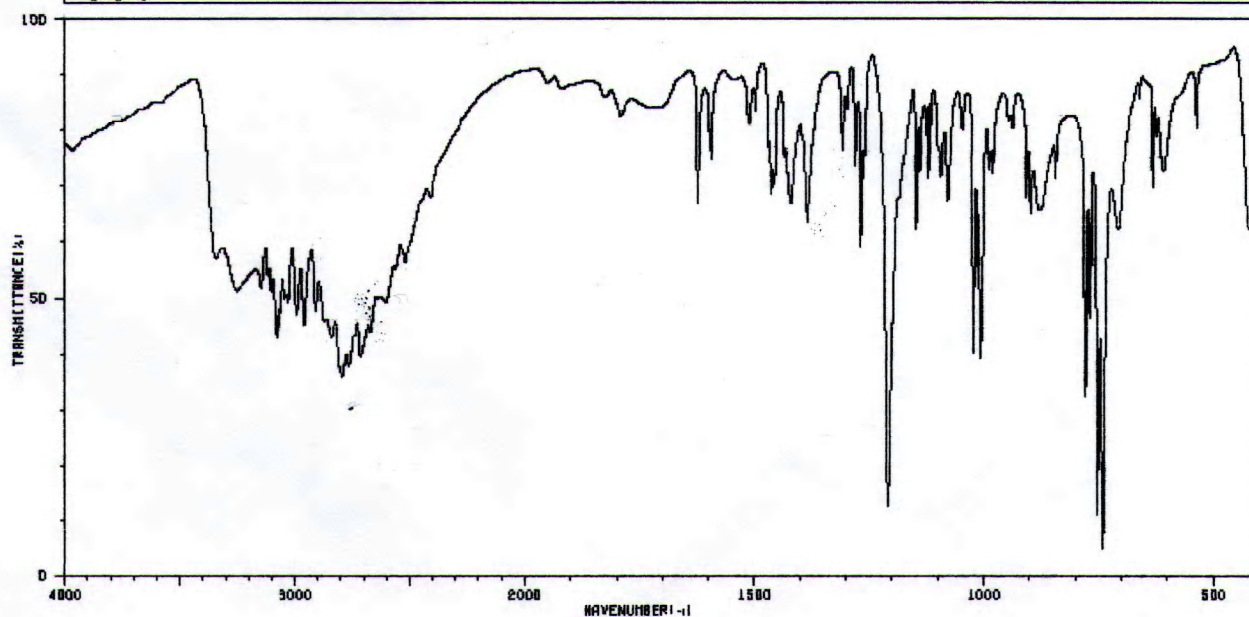
Assign.	Shift (ppm)
A	16.
B	7.946
C	7.393

peak data

SDBS No. 1529HSP-03-824

(c) National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)

HIT-NO=1536	SCORE= ()	SDBS-NO=1529	IR-NIDA-33297 : KBR DISC
BENZOTRIAZOLE			
$C_6H_5N_3$			



3346	55	3046	47	2766	36	1270	57	899	62
3252	49	3031	47	2713	38	1210	12	879	62
3147	49	2992	44	2870	42	1148	60	779	31
3117	52	2969	49	2620	53	1078	64	771	44
3102	49	2910	46	1624	64	1023	38	753	10
3080	41	2840	41	1421	84	1015	55	742	4
3069	43	2795	34	1385	60	1009	37	708	60

